

DISEÑO Y DESARROLLO DE LA TÉCNICA DE SUSCEPTIBILIDAD
MAGNÉTICA AC: APLICACIÓN AL ESTUDIO DE CINTAS MAGNÉTICAMENTE
BLANDAS.

ABILO ANDRÉS VELÁSQUEZ SALAZAR

TESIS DE MAESTRÍA

Director: ANDRÉS ROSALES RIVERA



Manizales
Universidad Nacional de Colombia
Facultad de ciencias exactas y naturales
Departamento de física y química
2010

DEDICATORIA

“A mi familia presente y futura donde incluyo a mi tutor y director de tesis Andrés Rosales Rivera por su colaboración académica y personal”

AGRADECIMIENTOS

Es y ha sido un grandísimo placer pertenecer al Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados por su calidad humana y académica, ya que allí están la mayor parte de mis amigos y compañeros más apreciados, a todos ellos les debo este trabajo. Debo agradecer a mi familia porque sin su colaboración y motivación tampoco habría podido llegar hasta este punto de mis estudios. Por último, expreso mi gratitud ante la universidad Nacional de Colombia sede Manizales y a la Dirección de Investigaciones – Manizales DIMA por brindarme los medios e instrumentos para la realización de este trabajo y en general por mi formación personal y profesional.

CONTENIDO

RESUMEN	1
ABSTRACT	2
INTRODUCCION	3
Motivación	4
1. MARCO TEÓRICO	6
1.1 Tipos de magnetismo en materiales	6
1.2 Materiales diamagnéticos	7
1.3 Materiales paramagnéticos	7
1.4 Materiales ferromagnéticos	7
1.5 Antiferromagnetismo	8
1.6 Ferrimagnetismo	9
1.7 Vidrios de espín.	9
1.8 Magnetización y desmagnetización de un metal ferromagnético	9
1.9 Materiales magnéticamente blandos	10
1.10 Susceptibilidad AC	12
2. MONTAJE EXPERIMENTAL	18
2.1 Susceptómetro AC	18
2.2 Diagrama de bloques	19
2.3 Integración de los dispositivos	21
3. DESARROLLO DE SOFTWARE	22
3.1 Programación	22
3.2 Paneles frontales	24
3.3 Descripción detallada del software	27
3.3.1 Diagrama principal	27
3.3.2 Ciclo de frecuencia	28
3.3.3 Ajuste de sensibilidad	28
3.3.4 Ciclo de campo	28
3.3.5 Registro de datos	29

4. APLICACIÓN DE LA TECNICA DE SUSCEPTIBILIDAD AC EN CINTAS MAGNETICAS.	30
4.1 Procedimiento	30
4.2 Análisis de resultados en cintas magnéticas	31
4.2.1 Cintas magnéticas basadas en cobalto, hierro, boro y silicio.	31
5.2.2 Cintas magnéticas basadas en hierro, boro y silicio	41
4.2.2 Otras Cintas magnéticas basadas en cobalto, hierro, boro y silicio	43
5. CONCLUSIONES, OBSERVACIONES Y TRABAJO FUTURO	45
5.1 Conclusiones	45
5.2 Perspectivas	46
BIBLIOGRAFÍA	47
ANEXOS	49

INDICE DE FIGURAS

Ilustración 1: El espín del electrón sobre su eje y su movimiento orbital alrededor de su núcleo son los orígenes del magnetismo en los materiales.	6
Ilustración 2: Alineamiento de los dipolos magnéticos para diferentes tipos de magnetismo: (a) ferromagnetismo, (b) antiferromagnetismo, y (c) ferrimagnetismo	8
Ilustración 3: Ciclo de histéresis de la inducción magnética B respecto al campo H para un material ferromagnético.	10
Ilustración 4: Ciclos de histéresis para (a) un material magnético blando y (b) un material magnético duro.	11
Ilustración 5: Sistema de inducción	15
Ilustración 6 : Diagrama de bloques	20
Ilustración 7: Diagrama de flujo base para la medida de susceptibilidad AC y la respuesta del equipo sin muestra	23
Ilustración 8: Programa Background	25
Ilustración 9: Programa control del susceptómetro	25
Ilustración 10: Controlador generador de señales	26
Ilustración 11: Controlador Lock-In	27
Ilustración 12: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5Vrms y una frecuencia de 80Hz.	32
Ilustración 13: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 0.5Vrms y una frecuencia de 5 KHz.	33
Ilustración 14: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con un sistema comercial para medir propiedades físicas llamado PPMS a diferentes frecuencias	34
Ilustración 15: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{72}\text{Fe}_8\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1Vrms y una frecuencia de 100Hz.	36

Ilustración 16: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{72}\text{Fe}_8\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 0.5Vrms y una frecuencia de 5 KHz.	37
Ilustración 17: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{74}\text{Fe}_6\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5Vrms y una frecuencia de 90Hz.	38
Ilustración 18: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5Vrms y una frecuencia de 90Hz.	39
Ilustración 19: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1Vrms y una frecuencia de 5 KHz.	40
Ilustración 20: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con un sistema comercial para medir propiedades físicas llamado PPMS a diferentes frecuencias.	41
Ilustración 21: Susceptibilidad AC para la aleación $\text{Fe}_{67.5}\text{B}_{22.5}\text{Si}_{10}$ medida a longitudes de $l = 12, 8$ y 6.5 mm	42
Ilustración 22: Susceptibilidad AC para la aleación $\text{Fe}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ medida a longitudes de $l = 12, 7, 6$ y 4 mm	43
Ilustración 23: Grafica de Magnetización vs Campo para las cintas $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$	43
Ilustración 24: Gráfica de Susceptibilidad real vs campo para las cintas de $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ y $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ para una frecuencia de 400 Hz.	44

RESUMEN

Este trabajo es un informe pormenorizado sobre el diseño y desarrollo de la técnica de susceptibilidad AC implementada en el laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la universidad Nacional de Colombia sede Manizales. La técnica desarrollada se encuentra implementada para realizar medidas de susceptibilidad AC en cintas magnéticamente blandas a temperatura ambiente. Este informe cuenta con una contextualización y una justificación que ubica la medida de la susceptibilidad AC en la ciencia y su importancia en el estudio de materiales magnéticos. Para poder comprender el impacto del desarrollo del presente trabajo se revisa la teoría pertinente a los materiales magnéticos y el método de inductancia mutua como técnica de medición. Se propone una metodología con el fin realizar medidas de susceptibilidad AC en forma sistemática y automatizada mediante la implementación de equipos eléctricos, electrónicos y un equipo de procesamiento (PC). Como parte de este trabajo se realizan medidas y sus respectivos análisis cuyo fin es garantizar la reproducibilidad de la técnica y su validez así como también conocer el comportamiento magnético de las cintas utilizadas como prueba. Por último se analizan los resultados obtenidos basados en los objetivos propuestos y se proponen trabajos complementarios para el desarrollo futuro.

ABSTRACT

This work is a detailed report on the design and development of the AC susceptibility technique implemented in the laboratory of Magnetism and Advanced Materials at the Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales. The technique developed is implemented for measurements of AC susceptibility in soft magnetic ribbons at room temperature. This report offers a contextualization and justification that locates the measurement of AC susceptibility in science and its importance in the study of magnetic materials. To understand the impact of the development of this paper, we review the relevant theory to magnetic materials and the mutual inductance method and measurement technique. We propose a methodology to AC susceptibility measurements in a systematic and automated through the implementation of electrical, electronic and processing equipment (PC). As part of this work, AC susceptibility measurements and their analysis aimed at ensuring the reproducibility of the technique and its validity, and also know the behavior of magnetic ribbons used as evidence. Finally the results are analyzed based on the proposed objectives and proposing additional work for future development.

INTRODUCCION

En el presente capítulo se resalta la importancia de contar con un sistema de medida de susceptibilidad AC y su utilidad en la caracterización de materiales magnéticos blandos. Se hace una breve descripción de la aplicabilidad los materiales magnéticamente blandos y de la técnica construida. Por último se explica cual fue la motivación para la realización del presente trabajo.

A diferencia de la magnetometría DC, la susceptibilidad AC nos da información sobre la dinámica de magnetización y procesos de relajación que se presenta en la materia. La susceptibilidad AC está compuesta por una parte real y otra parte imaginaria. La parte real de esta medida está asociada con la energía magnética almacenada por el material y la parte imaginaria tiene relación con las pérdidas energéticas en el mismo, a saber, incremento en la temperatura, corrientes inducidas o cualquier tipo de relajación que no permite la orientación de los momentos magnéticos de material como resultado de la presencia de un campo magnético externo o que permite una relajación rápida que disipa la energía adquirida.

Con el auge de los nuevos materiales magnéticos y dispositivos electrónicos, además de superconductividad a altas temperaturas ($T > 50^\circ\text{K}$) se busca avanzar en las técnicas de estudio de propiedades magnéticas que los enriquecen. Se han descubierto nuevos materiales y sus combinaciones, con propiedades magnéticas que les permiten retener su magnetización por periodos muy prolongados de tiempo, estos materiales son ideales para el almacenamiento de información a estos materiales se les denomina magnéticamente duros. En contraposición a los anteriores están los materiales que se magnetizan a campos muy pequeños pero que en ausencia de los mismos su magnetización se reduce a cero, estos son denominados materiales magnéticamente blandos, son muy útiles en la formación de núcleos de transformadores por minimizar su pérdida por histéresis si les sumamos propiedades de magnetoimpedancia, efecto Hall o magnetorresistencia, por nombrar algunas, son idóneos en el desarrollo de sensores, siendo muy susceptibles a bajos campos magnéticos y maximizan la velocidad de medición. La susceptibilidad AC es una técnica que nos permite reconocer todas estas propiedades. La respuesta magnética de un material superconductor, por ejemplo, se ve opacada por falta de penetración de campo en el mismo, por tal motivo las técnicas de análisis basadas en respuesta magnética nos proporcionan información de estas transiciones. La dependencia de la frecuencia y la temperatura en las transiciones de fase magnética también sirve para caracterizar los materiales llamados vidrios de espín en especial la parte imaginaria de la susceptibilidad AC ya que esta puede evidenciar las frustraciones magnéticas de

estos materiales (V. Cremaschi, 2004) (Xiangcheng Sun, 2002) (M. Pekala, 2001) (E. Jartych, 2002).

En éste trabajo se desarrolla la técnica de susceptibilidad magnética AC a temperatura ambiente (300 K); el sistema mide la inductancia mutua de un acople de bobinas cuando un material forma parte de su núcleo, se realizan medidas secuenciales estructuradas variando frecuencia y campo magnético DC externo.

Para el montaje de esta técnica, se hace necesario controlar de forma sistemática una serie de instrumentos que producen un campo magnético variable para la magnetización de una muestra y registra el comportamiento magnético de la misma, el campo magnético variable lo suministra una bobina al hacerle conducir una corriente eléctrica alterna mediante un generador de señales que trabaja entre 0.1Hz y 10KHz, el estudio de la respuesta se realiza gracias a la ayuda de un lock-in el cual es un amplificador sensible a fase que trabaja a estas frecuencias. Además se le aplica a la muestra un campo magnético DC generado mediante un par de bobinas de Helmholtz, alimentado por una fuente de corriente que permite variaciones de corriente de -5 a 5A y de voltaje de -20 a 20V que junto con la configuración de la bobina de Helmholtz equivalen a un rango de -80 a 80 Oe con un paso mínimo de 0.1 Oe. La señal de la magnetización de la muestra se registra utilizando técnicas convencionales de modulación.

Se realizaron la medidas de susceptibilidad AC en cintas magnéticamente blandas en distintas frecuencias de excitación y variando el campo magnético DC, con el fin de evidenciar la capacidad de la técnica. La técnica se basa en el hecho de que la inductancia mutua entre dos bobinas (y por tanto del voltaje inducido) cambia si una muestra magnética es colocada entre ellas; el susceptómetro AC generalmente consiste en una bobina primaria y dos bobinas secundarias ubicadas coaxialmente (bobinas de captación), las cuales están devanadas en oposición de tal forma que en ausencia de muestra su voltaje inducido es cero. Si una muestra magnética es introducida en una de las bobinas secundarias, se produce un voltaje de desbalance proporcional a la susceptibilidad AC de la muestra. El susceptómetro construido permite variaciones en la frecuencia, campo DC y AC. La señal producida por las bobinas secundarias es captada por medio de un amplificador lock-in y el software de adquisición y procesamiento de datos se implementó en Labview. La susceptibilidad AC medida fue comparable cualitativamente con las medidas realizadas por un equipo comercial en otros materiales a temperatura ambiente.

Motivación

El grupo de Magnetismo y Materiales Avanzados de la Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales fundado y dirigido por el PhD Andrés Rosales Rivera, tiene un recorrido de cerca de siete años realizando proyectos de investigación

relacionados con el estudio de materiales magnéticos y sus aplicaciones, tales como simulación numérica de sistemas magnéticos tipo magnetitas (Reina, 2004) y desarrollo de técnicas como Magnetometría de muestra vibrante (MMV) (Sanin, 2003) y sistemas para medir Magnetoimpedancia Gigante (MIG) (Valencia, 2004), Magnetorresistencia (MR) y efecto Hall. Estos desarrollos han permitido al grupo, enfocarse hacia el estudio de materiales magnético blandos (amorfo y cristalino) que son usados en el desarrollo de dispositivos electrónicos como sensores, debido a su fácil magnetización en campos bajos y su buena respuesta de magnetotransporte manifestada a través del fenómeno MIG (Mahdia A.E, 2003). Además el grupo cuenta con equipo especializado para el análisis térmico, tales como un Calorímetro Diferencial de barrido (DSC) y un Analizador Termogravimétrico (TGA). Estos desarrollos y adquisiciones unidos con el fortalecimiento de vínculos con laboratorios nacionales e internacionales tales como: la Universidad del Valle, El Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Universidad de Buenos Aires y el Instituto de Ciencias de Materiales de Madrid ICMM, han permitido culminar satisfactoriamente trabajos que están relacionados con el comportamiento térmico, magnético estructural de materiales magnéticamente blandos (Quintero-Castro D. L, 2006) (Trujillo - S F, 2006) (O. Moscoso. L, 2007) (A. Rosales-Rivera, 2006) (Moscoso-Londoño, Rosales-Rivera, & Pineda-Gómez., 2007).

El aumento en las investigaciones en fenómenos térmicos en el laboratorio, ha impulsado el estudio y desarrollo de técnicas de caracterización magnética a bajas temperaturas, que permitan conocer a fondo el comportamiento magnético de materiales como las aleaciones magnéticas amorfas.

El presente trabajo pretende entonces fortalecer las técnicas de caracterización de la universidad y en conjunto con los métodos de crecimiento de materiales busca también la correlación de los datos obtenidos en las diferentes técnicas para generar un conocimiento más completo y sugerir las aplicaciones adecuadas para los nuevos materiales. La susceptibilidad AC nos brinda información que se puede comparar con la obtenida por la técnica de MIG y así ampliar el conocimiento de los comportamientos magnéticos y de transporte de los materiales magnéticamente blandos.

1. MARCO TEÓRICO

Este capítulo realiza una revisión teórica de todos los aspectos físicos de los materiales e instrumentos contemplados en la construcción y prueba de la técnica de susceptibilidad AC. Se comienza con descripción del magnetismo y los materiales magnéticos así como sus fases magnéticas. Por último se realiza una descripción detallada de los aspectos físicos relacionados con la medida de susceptibilidad AC mediante el principio de inductancia mutua con el fin de poder extraer el valor de la susceptibilidad de los parámetros entregados por el lock-in.

1.1 Tipos de magnetismo en materiales

Cuando los electrones se mueven en un hilo conductor se genera un campo magnético alrededor del hilo. El magnetismo de los materiales también es debido al movimiento de los electrones, pero en este caso los campos y fuerzas magnéticas son causados por el espín de los electrones y su movimiento orbital alrededor del núcleo

(Ilustración 11).

Cada electrón, que gira alrededor de su propio eje, se comporta como un dipolo magnético y posee un momento dipolar denominado magnetón de Bohr μ_B . Este momento dipolar tiene el valor de $9.27 \cdot 10^{-24} \text{ A} \cdot \text{m}$.

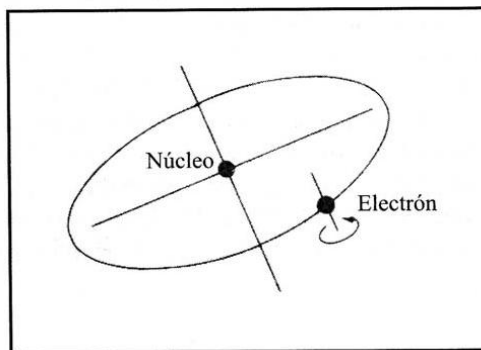


Ilustración 1: El espín del electrón sobre su eje y su movimiento orbital alrededor de su núcleo son los orígenes del magnetismo en los materiales.

Dependiendo de peculiaridades de estructura electrónica de materiales se distinguen diferentes tipos de materiales magnéticos.

1.2 Materiales diamagnéticos

Un campo magnético externo actuando sobre los átomos de un material desequilibra ligeramente los electrones de los orbitales y crea pequeños dipolos magnéticos en los átomos que se oponen al campo aplicado. Esta acción produce un efecto magnético negativo conocido como diamagnetismo. El diamagnetismo produce una susceptibilidad magnética negativa muy débil, del orden de $\chi_M = 10^{-6}$. El diamagnetismo ocurre en todos los materiales, pero en muchos el efecto magnético negativo queda cancelado por efectos magnéticos positivos.

1.3 Materiales paramagnéticos

Los materiales que presentan una pequeña susceptibilidad magnética positiva por la presencia de un campo magnético se denominan paramagnéticos y al efecto magnético se denomina paramagnetismo. Se produce por alineación individual de los momentos dipolares magnéticos de los átomos o moléculas bajo la acción de un campo magnético aplicado. El paramagnetismo produce susceptibilidades magnéticas en los materiales en un rango de 10^{-6} hasta 10^{-2} y se produce en muchos materiales.

El efecto paramagnético en los materiales desaparece cuando se elimina el campo magnético aplicado. Puesto que la agitación térmica distribuye aleatoriamente la dirección de los dipolos magnéticos, un incremento en la temperatura disminuye el efecto paramagnético.

Los átomos de algunos elementos de transición y tierras raras poseen capas internas parcialmente llenas con electrones desapareados. Estos electrones internos desapareados en los átomos, como no se están oponiendo a otros electrones ligados, causan fuertes efectos paramagnéticos y, en algunos casos, producen efectos ferromagnéticos y ferrimagnéticos muy fuertes, que serán discutidos seguidamente.

1.4 Materiales ferromagnéticos

El diamagnetismo y el paramagnetismo son inducidos por un campo magnético aplicado, y la magnetización permanece sólo mientras se mantenga el campo. Un tercer tipo de magnetismo, denominado ferromagnetismo, es de gran importancia en ingeniería. Los materiales ferromagnéticos producen campos magnéticos que pueden mantenerse o eliminarse a voluntad.

Los elementos ferromagnéticos más importantes son el hierro (Fe), cobalto (Co) y níquel (Ni). Las propiedades ferromagnéticas son debidas al modo en el que los espines de los electrones internos desapareados se alinean en la red cristalina.

Las capas internas de átomos individuales se llenan con pares de electrones con espines opuestos, y de esta forma no queda ningún momento dipolar magnético debido a ellos. En los sólidos, los electrones externos de valencia se combinan unos con otros formando enlaces químicos de forma que no queda ningún momento magnético significativo debido a estos electrones. En el Fe, Co y Ni los electrones internos $3d$ son los responsables del ferromagnetismo que presentan estos elementos. El átomo de hierro posee cuatro electrones $3d$ desapareados, el átomo de cobalto tres y el átomo de níquel dos.

En una muestra sólida de Fe, Co o Ni a temperatura ambiente los espines de los electrones $3d$ de átomos adyacentes se alinean en una dirección paralela por un fenómeno denominado magnetización espontánea. Esta alineación paralela de dipolos magnéticos atómicos ocurre sólo en regiones microscópicas denominadas dominios magnéticos. Si los dominios están aleatoriamente orientados, entonces no se generará magnetización neta en una muestra masiva. La alineación paralela de los dipolos magnéticos en los átomos de Fe, Co y Ni es debido a la formación de un intercambio positivo de energía entre ellos.

1.5 Antiferromagnetismo

Otro tipo de magnetismo que se presenta en algunos materiales es el antiferromagnetismo. En presencia de un campo magnético, los dipolos magnéticos de los átomos de los materiales anti-ferromagnéticos se alinean por sí mismos en direcciones opuestas (Ilustración 2).

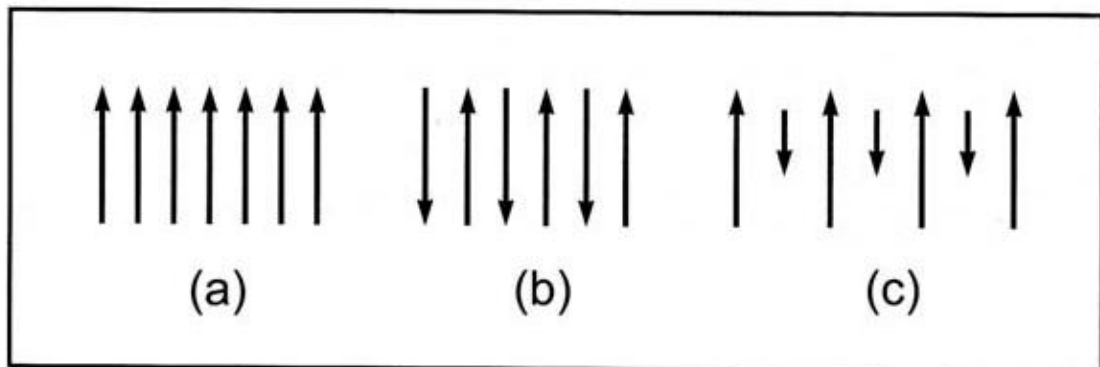


Ilustración 2: Alineamiento de los dipolos magnéticos para diferentes tipos de magnetismo: (a) ferromagnetismo, (b) antiferromagnetismo, y (c) ferrimagnetismo

Los elementos manganeso y cromo, en estado sólido y a temperatura ambiente, presentan anti-ferromagnetismo.

1.6 Ferrimagnetismo

En algunos materiales cerámicos, iones diferentes poseen distinta magnitud para sus momentos magnéticos y cuando estos momentos magnéticos se alinean de forma antiparalela, se produce un momento magnético neto en una dirección Ilustración 2. Como grupo, los materiales ferrimagnéticos se denominan ferritas.

Un grupo se basa en la magnetita, Fe_3O_4 , que es la antiguamente conocida piedra magnética. Las ferritas poseen baja conductividad, que la hacen útil para muchas aplicaciones electrónicas.

1.7 Vidrios de espín.

En este tipo de materiales encontramos que algunos pares de espines van a reducir su energía si se alinean paralelamente, mientras que otros lo van a hacer cuando sus posiciones sean antiparalelas. Dado que cada espín interactúa con muchos otros espines, algunos de "sus compañeros" le pueden "pedir" que se alinee en una dirección y otros en otra. Una consecuencia será que no todos los espines se puedan poner de acuerdo y que a temperaturas bajas no habrá una, sino muchas configuraciones diferentes que correspondan a estados de energía mínima. Para cada una de estas configuraciones tenemos que no todos los pares de espines contribuyen a reducir la energía libre; entonces se dice que los pares que no contribuyen se encuentran frustrados. Por consiguiente toda configuración de mínima energía contendrá muchos pares frustrados, diferentes en cada caso, ya que no será posible hacer que todos ellos contribuyan simultáneamente a reducir la energía del sistema.

Durante la década pasada y principios de ésta, los vidrios de espín atrajeron el interés de muchos científicos debido a que presentan propiedades para las cuales no se encontraba explicación. Actualmente se entiende bastante bien su comportamiento, y se sabe que la frustración desempeña un papel central en éste.

1.8 Magnetización y desmagnetización de un metal ferromagnético

La Ilustración 3 representa el efecto de un campo aplicado H sobre la inducción magnética B de un metal ferromagnético durante la magnetización y desmagnetización (llamada curva de histéresis).

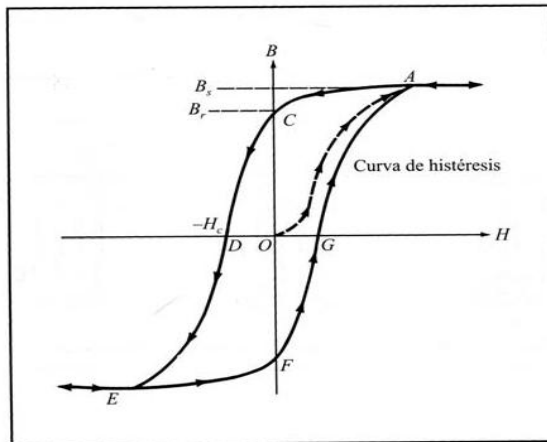


Ilustración 3: Ciclo de histéresis de la inducción magnética B respecto al campo H aplicado, para un material ferromagnético.

Al aumentar el campo aplicado desde O , B aumenta desde cero hasta la inducción de saturación que se alcanza en el punto A . Al disminuir el campo aplicado a cero, la curva de magnetización original no vuelve por sus pasos, y queda un flujo magnético denominado inducción remanente B_r (punto C en la Ilustración 3).

Para disminuir la inducción magnética a cero, debe aplicarse un campo en inversa (negativo) de valor H_i denominado campo coercitivo (punto D en la Ilustración 3). Si el campo aplicado negativo aumenta todavía más, el material alcanzará la inducción de saturación con el campo inverso en el punto E de la Ilustración 3. Al eliminar el campo inverso, la inducción magnética volverá a la inducción remanente dada por el punto F en la Ilustración 3, y al aplicar un campo positivo, la curva B - H seguirá el camino FGA hasta completar una vuelta. Volviendo a aplicar campos negativos y positivos hasta la inducción de saturación producirá vueltas sucesivas $ACDEFGA$.

Este bucle de magnetización se denomina ciclo de histéresis, y su área interna es una medida de la pérdida de energía o trabajo realizado por el ciclo magnetizante y desmagnetizante.

1.9 Materiales magnéticamente blandos

Un material magnético blando es aquel que es fácil de magnetizar y desmagnetizar, a diferencia de material magnético duro difícil de magnetizar y desmagnetizar. La dureza física de un material magnético no necesariamente indica que sea magnéticamente blando o duro.

Materiales blandos, tal como aleaciones de hierro con 3-4 % de silicio utilizados en núcleos para transformadores, motores y generadores, poseen ciclos de histéresis estrechos con pequeñas fuerzas coercitivas (Ilustración 4,a). Por otra parte, los materiales magnéticos duros utilizados para imanes permanentes presentan ciclos de histéresis anchos con altas fuerzas coercitivas (Ilustración 4,b)

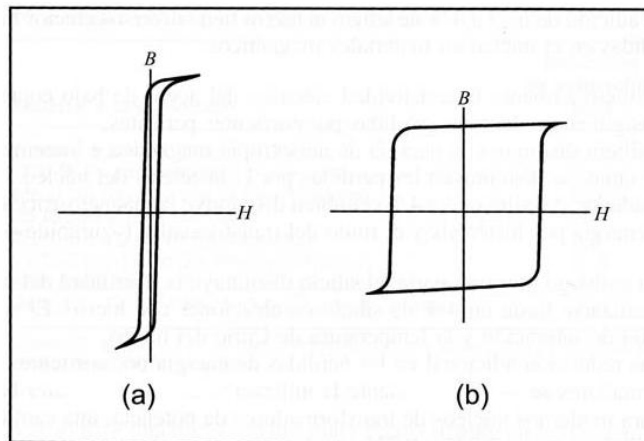


Ilustración 4: Ciclos de histéresis para (a) un material magnético blando y (b) un material magnético duro.

El material magnético blando tiene un ciclo de histéresis estrecho lo que hace fácil su magnetización y desmagnetización, mientras que el material magnético duro tiene un ciclo de histéresis ancho, que hace difícil su magnetización y desmagnetización.

Para que un material ferromagnético sea blando, su ciclo de histéresis debería tener una fuerza coercitiva tan pequeña como sea posible. Esto significa que su ciclo de histéresis debería ser tan delgado como fuera posible para que el material se magnetice fácilmente y tenga una alta permeabilidad magnética. Para la mayoría de las aplicaciones, una inducción de saturación alta significa además una importante propiedad de los materiales magnéticos blandos. Por tanto, para la mayoría de los materiales blandos se desean ciclos de histéresis muy estrechos y altos (Ilustración 4,a).

En los núcleos magnéticos de un transformador de corriente eléctrica alterna a 50 Hz la corriente eléctrica recorre el ciclo de histéresis completo 50 veces por segundo, y en cada ciclo hay cierta pérdida de energía debida al movimiento de las paredes de dominio del material magnético del núcleo del transformador. El aumento de la frecuencia de la señal eléctrica alterna en los dispositivos electromagnéticos aumenta las pérdidas de energía por histéresis.

Un campo magnético fluctuante provocado por una señal eléctrica alterna en un núcleo magnético conductor produce corrientes eléctricas inducidas (corrientes parásitas). Son una fuente de pérdidas de energía. Se pueden reducir utilizando una estructura en láminas en el núcleo magnético. Una capa de aislante entre el material magnético conductor evita que las corrientes parásitas vayan de una lámina a otra. Otra forma de reducir las pérdidas por corrientes parásitas, particularmente para altas frecuencias, es utilizar un material magnético blando que sea aislante. Se utilizan óxidos ferrimagnéticos y otros tipos similares de materiales.

Una reducción adicional en las pérdidas de energía por corrientes parásitas en núcleos de transformadores se alcanza mediante la utilización de una estructura laminada (láminas apiladas). Para modernos núcleos de transformadores de potencia, una cantidad de finas láminas de hierro-silicio de unos 0,025 a 0,035 cm de grosor se apilan unas encima de otras con una fina capa de aislante entre ellas. Se recubre el material aislante por ambos lados de láminas de hierro-silicio y así se evitan las corrientes parásitas de flujo perpendicular a las láminas.

1.10 Susceptibilidad AC

La susceptibilidad magnética de un material es la relación entre la magnetización del mismo y el campo requerido para tal,

$$\mathbf{M} = \chi \mathbf{H} \quad 1$$

siendo M la magnetización, χ la susceptibilidad magnética y H la intensidad del campo magnético aplicado. De igual forma la susceptibilidad AC implica la relación entre la magnetización producida en una muestra por la presencia de un campo magnético variable de la siguiente forma

$$\chi_{AC} = \frac{dM}{dH_{AC}} \quad 2$$

como la respuesta de la muestra es la variación de los momentos magnéticos, esta técnica permite estudiar los mecanismos de magnetización. Además esta cantidad nos brinda información de las transiciones de fase magnéticas así como superconductividad. En un estudio más profundo se puede ver como la componente imaginaria de la susceptibilidad depende de la frecuencia, evidenciando así los procesos de relajación y los tiempos de relajación.

La técnica más común para medir este parámetro se llama VSM, magnetometría de muestra vibrante por sus siglas en ingles, empleada para obtener curvas de magnetización vs campo magnético, en la cual se magnetiza la muestra con

campo magnético conocido y luego se hace oscilar sinusoidalmente en presencia de unas bobinas estáticas, en las cuales se induce un voltaje por la variación de flujo magnético que produce la magnetización de la muestra. La medida de la susceptibilidad AC se realiza al someter una muestra a un campo magnético variable para inducir una magnetización alterna en la misma, y esta variación de flujo magnético induce un voltaje AC en una bobina (Nikolo, 1994).

Esta técnica cuenta con la ventaja de no necesitar conductores y describir el comportamiento promedio de todo el sistema magnético medido. Además es actualmente aprovechada por el advenimiento de la superconductividad a altas temperaturas. La respuesta del sistema refleja la suma de las reacciones de diferentes comportamientos dentro del mismo, por tal motivo se pueden estudiar sistemas no homogéneos como comportamientos intragranulares e intergranulares en óxidos magnéticos (Nikolo, 1994).

El campo magnético AC es generado por la corriente alterna producida por un generador de señales que atraviesa la bobina primaria mostrada en la Ilustración 5, el cual tiene la forma:

$$H_a = H_{a0} \cos \omega t \quad 3$$

Donde H_a es el campo magnético variable y H_{a0} es la amplitud de la señal y ω es la frecuencia angular de la misma. Este campo magnético produce una magnetización en la muestra que se refleja en la producción de un flujo magnético variable B_a . Este flujo magnético no es una respuesta lineal por la naturaleza mixta de la muestra, entonces ni B ni M tienen un comportamiento sinusoidal. El promedio del flujo magnético $\langle B \rangle$ puede ser descrito como una expansión de Fourier

$$\langle B \rangle = \mu_0 H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} [\mu'_n \cos n\omega t + \mu''_n \sin n\omega t] \quad 4$$

Aquí μ'_n y μ''_n son la parte real e imaginaria de la permeabilidad relativa compleja μ_n . Si multiplicamos a ambos lados por $\cos(\omega t)$ e integramos sobre t desde 0 a $2\pi/\omega$ obtenemos:

$$\int_0^{2\omega/\pi} \langle B \rangle \cos \omega t dt = \mu_0 H_{a0} \left(\frac{\pi}{\omega} \right) \mu'_1 \quad 5$$

De igual forma se multiplica la 4 por $\sin(\omega t)$ y obtenemos:

$$\int_0^{2\omega/\pi} \langle B \rangle \sin \omega t dt = \mu_0 H_{a0} \left(\frac{\pi}{\omega} \right) \mu''_1 \quad 6$$

La permeabilidad relativa compleja μ está definida en términos de la susceptibilidad relativa compleja χ como:

$$\mu = 1 + \chi \quad 7$$

De esta forma uno puede decir que:

$$\chi'_1 = \mu'_1 - 1 \quad 8$$

$$\chi''_1 = \mu''_1 \quad 9$$

Con ayuda de la 4 a la 9 se puede expresar la parte real e imaginaria de la susceptibilidad en términos del flujo magnético local $\langle B \rangle$ como

$$\chi'_1 = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \cos \omega t \, dt \right) - 1 \quad 10$$

y

$$\chi''_1 = \left(\frac{\omega}{\pi \mu_0 H_{a0}} \int_0^{2\pi/\omega} \langle B \rangle \sin \omega t \, dt \right) \quad 11$$

La parte real nos da una expresión cuantitativa de la penetración de flujo magnético en la muestra. En la fase de superconductividad, Expulsión de Meissner, la integral en la 10 desaparece, entonces $\chi'_1 = -1$ y en la penetración de flujo completa $\chi'_1 = 0$ de igual forma en un estado superconductor completo $\chi''_1 = 0$ y en estados mezclados es un número positivo menor que 1, reflejando las pérdidas.

Para realizar la medida de susceptibilidad se disponen dos series bobinas, una genera un campo magnético variable y la otra capta el flujo magnético variable causado por la muestra como se muestra en la Ilustración 5, solo que, para compensar la inducción producida por el campo magnético de excitación, la bobina secundaria está dividida en dos secciones de características similares pero arrollamiento contrario. El sistema de autoinducción se encuentra acoplado a un criostato para futuras medidas de susceptibilidad AC variando temperatura. El sistema de autoinducción fue diseñado por el profesor PhD Andrés Rosales Rivera en colaboración con la empresa Janis Research Systems quienes se encargaron de la construcción del mismo.

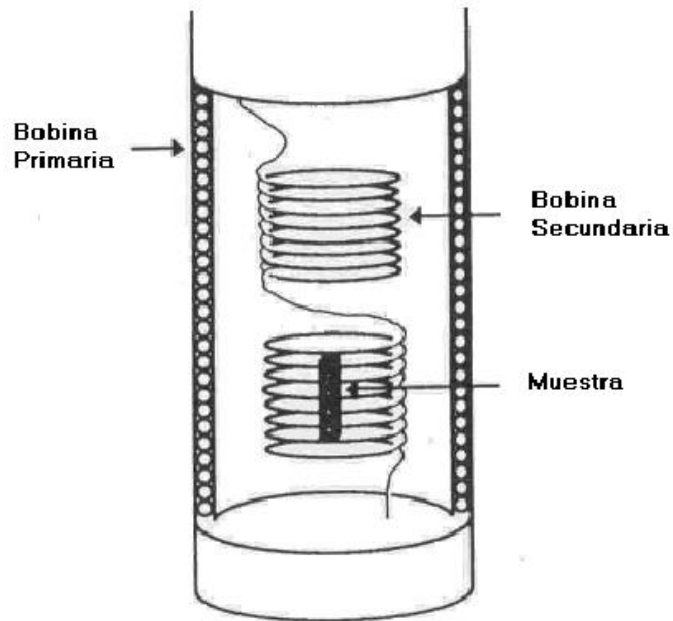


Ilustración 5: Sistema de inducción

El voltaje inducido en la bobina secundaria es proporcional a la derivada de la magnetización de la muestra con respecto al tiempo como podremos demostrar. Usando el concepto de inductancia mutua uno puede obtener una expresión para la susceptibilidad en términos de parámetros medibles. Si se asume la muestra magnetizada como un solenoide cilíndrico.

El flujo magnético total Φ que es inducido en la bobina secundaria puede ser calculado para cualquier densidad de flujo magnético, B o potencial magnético A .

$$\Phi = \iint B \cdot da = \oint A \cdot ds \quad 12$$

Donde da es el diferencial de área y ds es un diferencial de contorno de la bobina de recolección o secundaria. La inductancia mutua por vuelta del solenoide es,

$$L' = \frac{L_{sp}}{N} = \frac{\Phi}{NI} = \frac{1}{NI} \oint A \cdot ds \quad 13$$

siendo L_{sp} la inductancia mutua entre la bobina primaria y la secundaria e I la corriente en la bobina primaria, la fem inducida en la bobina secundaria es entonces,

$$v = -\frac{d\Phi}{dt} = -L_{sp} \frac{dI}{dt} \quad 14$$

Como la magnetización es $M = NI/l$ siendo l la longitud de la bobina primaria. Así

$$v = -L' \frac{dM}{dt} \quad 15$$

Si nuestro objetivo es estudiar la susceptibilidad fundamental $\chi = \chi_1$ y definimos $M = \chi H$ teniendo a $H = H_0 \cos 2\pi f t$ obtenemos

$$\chi = \frac{v_{rms}}{2\pi L' f H_{rms}} \quad 16$$

Para las cantidades raíces cuadradas medias v_{rms} y H_{rms} el valor L_{sp} no se mide, pero se evidencia en una constante de calibración α que refleja la geometría de las bobinas. En nuestro sistema, el flujo magnético en las bobinas de recolección es pues,

$$\Phi = \mu_0 \pi a^2 N M(t) \quad 17$$

siendo a el radio de la bobina de recolección. El voltaje inducido es,

$$v(t) = -\mu_0 \pi a^2 N \frac{dM(t)}{dt} \quad 18$$

$M(t)$ puede ser representado como una expansión de Fourier teniendo en cuenta la susceptibilidad compleja χ'_n y χ''_n

$$M(t) = \sum_{n=1}^{\infty} H_{a0} (\chi'_n \cos n\omega t + \chi''_n \sin n\omega t) \quad 19$$

Usando la 19 en la 18 obtenemos

$$v(t) = \mu_0 \pi a^2 \omega N H_{a0} \sum_{n=1}^{\infty} n (\chi'_n \sin n\omega t - \chi''_n \cos n\omega t) \quad 20$$

haciendo $\mu_0 \pi a^2 \omega N H_{a0} = v_0$, entonces

$$v(t) = v_0 \sum_{n=1}^{\infty} n (\chi'_n \sin n\omega t - \chi''_n \cos n\omega t) \quad 21$$

Si ajustamos el lock-in para medir el voltaje fundamental para $n=1$,

$$v_1 = v_0(\chi'_n \sin n\omega t - \chi''_n \cos n\omega t)$$

22

Este análisis predice que los armónicos más altos de la susceptibilidad real e imaginaria resultan del comportamiento de histéresis del flujo que entra y sale de la muestra. El método más eficaz de resolver los problemas por asimetría en las bobinas de recolección o secundarias es realizar una medida de la susceptibilidad con muestra y restar los valores obtenidos de una medida de la misma sin muestra. Este último es precisamente el método utilizado en el presente trabajo. Un amplificador sensible a fase se encarga de medir directamente las cantidades $v_0\chi'$ y $v_0\chi''$. La cantidad v_0 depende de varios parámetros como la frecuencia, la geometría de la muestra y de las bobinas así como de la amplitud del campo magnético variable aplicado. La geometría de la muestra puede ser estandarizada, las bobinas no tienen cambios visibles en sus propiedades, pero la amplitud y frecuencia del campo magnético variable aplicado si son modificables a gusto. Por lo anterior a cada medida hecha mediante el lock-in se le debe dividir la frecuencia y la amplitud del campo magnético AC aplicado para poder realizar una comparación de las medidas a distintas frecuencias y voltajes rms.

2. MONTAJE EXPERIMENTAL

En este capítulo se describen los elementos eléctricos y electrónicos que componen la técnica de susceptibilidad AC, se ilustra el diagrama de bloques y la forma como se integran todos estos elementos de forma que pueda constituirse la técnica de tal forma que se puedan llevar a cabo medidas de susceptibilidad AC de una forma sistemática y secuencial, almacenando los datos obtenidos para su posterior análisis.

2.1 Susceptómetro AC

La técnica de susceptibilidad trabaja bajo el principio de inductancia mutua. El montaje consta de:

2.1.1 Un amplificador sensible a fase Lock-In (Lock-in amplifier model SR530, Stanford Research Systems, Inc.). Encargado de realizar, como su mismo nombre lo dice, una amplificación de la señal obtenida del sistema de bobinas, un correcto filtrado de las demás frecuencias distintas a la del campo de excitación AC que atraviesa la muestra y por último la medida del voltaje en cuadratura y el voltaje a 90° estos son v' y v'' . Este dispositivo cuenta además con la capacidad de ser programado y controlado mediante una tarjeta de comunicación GPIB. Cuenta también con una salida análoga programable que trabaja entre -10 y 10 V la cual es útil para controlar equipos.

2.1.2 Un generador de señales (Low Distortion Function Generator DS360, Stanford Research Systems, Inc.). Este dispositivo produce una señal eléctrica sinusoidal que es conducida a través de las bobinas primarias. Este equipo nos permite controlar la amplitud y frecuencia de la misma. También cuenta con una tarjeta GPIB que lo hace programable y controlable mediante un PC.

2.1.3 Una fuente de corriente (Bipolar Operational Power supply / Amplifier BOP 20-5D kepcó). Esta trabaja en un rango de -20 a 20 V con -5 a 5 A, es decir 100W, ideal para producir campos magnéticos bajos mediante una bobina de Helmholtz apropiada. Otra ventaja de este equipo es que permite ser controlado de forma análoga mediante una entrada que permite voltajes entre -10 y 10 V, muy propicio para trabajar con la salida análoga del lock-in ya que esta fuente no cuenta con tarjeta GPIB aunque si puede ser adquirida con tal.

2.1.4 Una bobina de Helmholtz con conductor de cobre de 240 vueltas y resistencia de 18Ω que permite una corriente DC de 6A, como el radio medio y

máximo de esta bobina es de 265 y 300mm respectivamente, con una corriente de 5A a 20V puede generar un campo magnético DC de hasta 74Oe. Esta bobina es acoplada directamente a la fuente de corriente y por las características compatibles que poseen, entre ambas producen campos magnéticos continuos entre -74 y 74Oe controlados por el PC a través del amplificador lock-in.

2.1.5 Un sistema de inductancia mutua que consta de un par de bobinas, la primera está diseñada para crear un campo magnético AC de 1Oe pico a pico cuando se le hace conducir una señal eléctrica AC sinusoidal de 1Vrms de amplitud. La segunda de estas bobinas está ubicada de forma axial en el interior de la primera y contiene dos arrollamientos conectados en serie, estos segmentos tienen características similares, pero el sentido de su arrollamiento es en contraposición. El portamuestra se encuentra ubicado de cierta forma que la muestra forma parte del núcleo de uno de los segmentos de la bobina secundaria.

2.2 Diagrama de bloques

A continuación se esquematiza la técnica de susceptibilidad AC, como se puede observar el equipo tiene la capacidad de controlar la temperatura de la muestra, pero este modulo no es pertinente a este trabajo ya que trabajamos a temperatura ambiente.

Como se puede ver en la Ilustración 6 el sistema consta de cuatro etapas, la primera es el sistema donde suceden los eventos físicos, en este caso donde se produce el campo

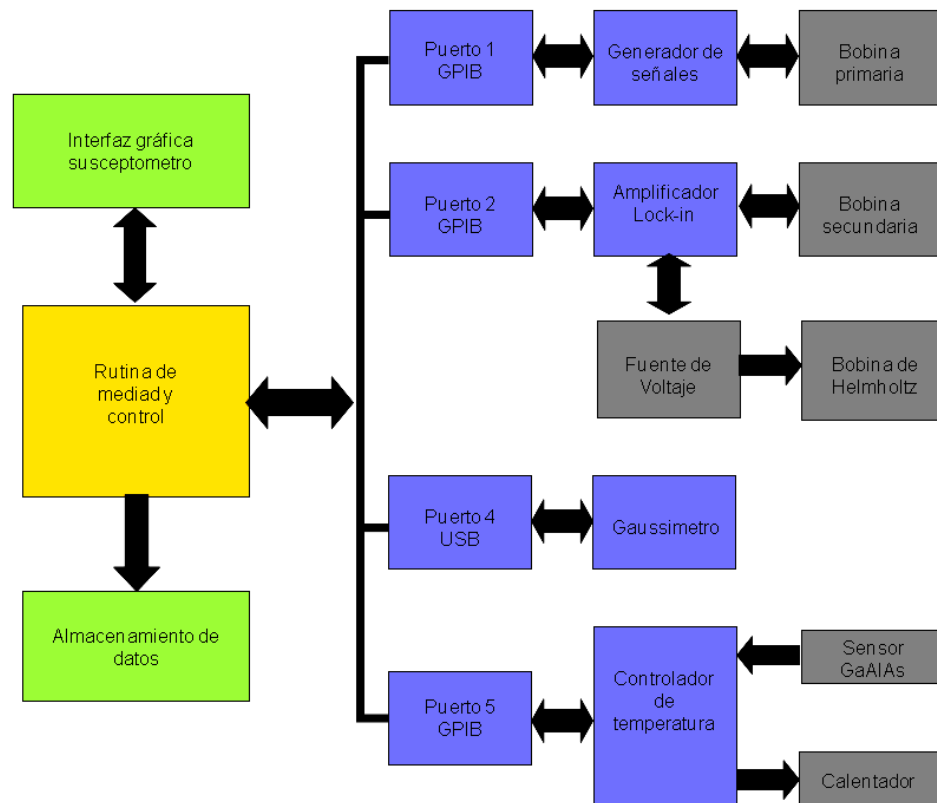


Ilustración 6 : Diagrama de bloques

magnético AC, la muestra orienta sus momentos magnéticos para minimizar su energía frente al mismo (proceso llamado magnetización o imanación) y donde se recoge la respuesta que trae consigo la susceptibilidad de la muestra.

En la segunda etapa se pueden ver los equipos que pueden generar la señal de excitación y el campo magnético DC y se pueden medir la señal de respuesta de la muestra y el campo magnético producido por la bobina de Helmholtz.

La tercera etapa muestra el sistema de comunicación para poder integrar los equipos a un sistema de control y registro. Los puertos utilizados aquí son el GPIB y USB.

En la cuarta etapa se encuentran el PC y sus respectivos programas la finalidad de estos son realizar medidas sistemáticas de susceptibilidad mientras se controlan los dispositivos para variar los parámetros controlables como frecuencia, campo magnético AC y DC y llegado el caso, la temperatura. Esta última etapa es crítica, ya que además de todo permite la recolección de los datos y su respectivo análisis.

2.3 Integración de los dispositivos

La bobina primaria se encuentra conectada a la salida del generador de señales para producir el campo magnético AC que atravesará la muestra. El flujo magnético producido por la magnetización de la muestra induce un voltaje variable en la bobina secundaria que se encuentra conectada al amplificador lock-in, este último se encarga del proceso de la señal.

El lock-in permite filtrar una señal alterna y amplificarla mediante un debido tratamiento electrónico análogo a una transformada de Fourier, pero para esto necesita ser retroalimentado por una señal con la misma frecuencia y fase de la medida, es por esto que la salida de sincronización del generador de señales está conectada a la entrada de referencia del lock-in.

El amplificador tiene también una salida análoga que controla la fuente de corriente que a su vez se encuentra conectada a una bobina de Helmholtz para producir el campo magnético DC.

Al computador se encuentran conectados mediante el puerto GPIB el generador de señales y el amplificador lock-in.

3. DESARROLLO DE SOFTWARE

Este capítulo hace una descripción detallada de todos los elementos de programación en el software de instrumentación LabView que integran la aplicación final encargada del control de los dispositivos que conforman el sistema de medida, la adquisición de los datos obtenidos por los mismos y el registro estructurado de las variables que involucran la medida de susceptibilidad AC variando el campo magnético DC aplicado de acuerdo a un ciclo de histéresis y para diferentes frecuencias de excitación. Se presentan los paneles frontales de los subprogramas encargados del manejo aislado del generador de señales y el amplificador Lock-In para la realización de la medida de una forma controlada por el usuario.

3.1 Programación

El programa encargado del control de los instrumentos y el registro de los datos se realizó en el software para instrumentación llamado NI Labview 7.0 de National Instruments Company. Para llevar a cabo una medida completa se dispusieron dos programas, el primero registra un conjunto de medidas correspondientes al background y el segundo a la respuesta del sistema sin muestra. Ambos softwares guardan la información en archivos de texto plano. En labview, los diferentes módulos de programación son llamados VI (Virtual Instruments) sigla en inglés que significa instrumento virtual. El VI encargado de la recolección de los datos para el background es un segmento de programación que permite registrar la amplitud y el ángulo de fase de las señales detectadas por el lock-in cuando el sistema se encuentra sin muestra, variando el campo magnético de una manera análoga a los lazos de histéresis en un magnetómetro, para campos de excitación de diferentes frecuencias.

En el archivo en el cual se almacenan estos datos se realiza una escritura sistemática del campo DC aplicado, la amplitud de la señal medida por el lock-in en las bobinas secundarias, el ángulo de fase con respecto a la frecuencia del generador de señales, la amplitud del campo magnético variable y la frecuencia de dicho campo.

Los VIs para estudiar el comportamiento del equipo sin muestra y con muestra solo se diferencian en el número de archivos que crean. Para el background solo se usa un archivo, mientras, para la medida de la muestra se usa un archivo por cada frecuencia. Por el hecho anterior se puede describir el proceso de una forma básica mediante el diagrama de flujo mostrado en la Ilustración 7: Diagrama de flujo base para la medida de susceptibilidad AC y la respuesta del equipo sin muestra.

3.2 Paneles frontales

En la Ilustración 8 podemos observar el panel frontal del VI para la recolección de las medidas de la señal obtenida del sistema mediante el lock-in para un rango de frecuencias. Aquí se pueden observar los datos requeridos para el funcionamiento del software, además puede mostrar en tiempo real las graficas de la amplitud de la señal medida así como también el ángulo de fase con respecto a la señal de retroalimentación del lock-in, que en este caso viene de la salida de sincronización del generador de señales. Ambos datos se encuentran realizados vs el campo magnético. Cabe señalar que el campo magnético no fue medido sino calculado gracias a una calibración inicial que se realiza después de un periodo corto de tiempo, alrededor 8 semanas, o cuando se tenga que cambiar algún parámetro externo del experimento como cuando se tiene que mover el portamuestra con respecto a la bobina de Helmholtz. Como parte de los parámetros iniciales del VI están el nombre del archivo en el que se almacenara la información así como su ubicación, este punto es sumamente importante porque este archivo es requerido por el segundo VI.

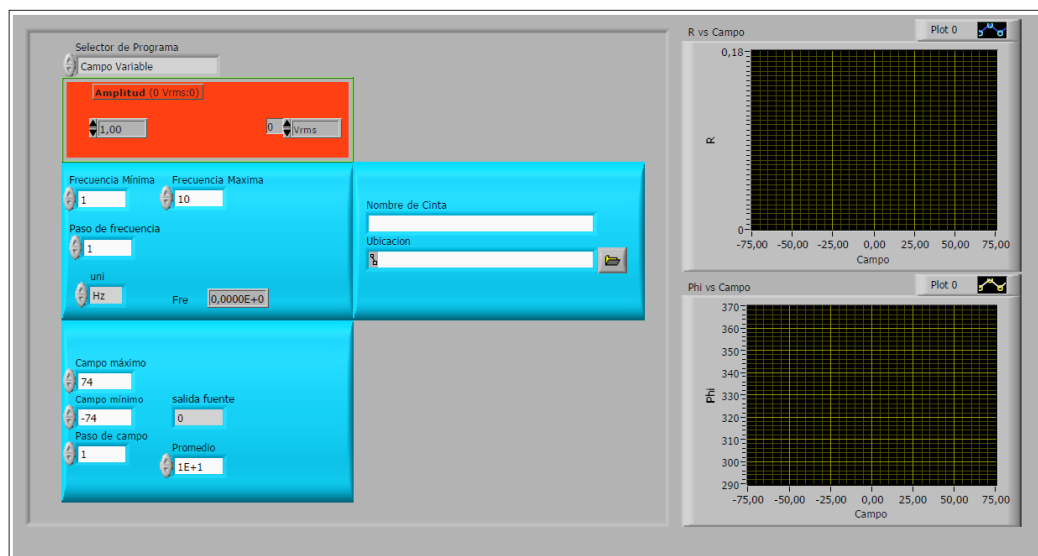


Ilustración 8: Programa Background

Como se muestra en Ilustración 9, existen pocas diferencias en el panel frontal del VI del background y el del control del susceptómetro. Este último requiere, además, el peso de la muestra y el nombre y ubicación tanto para el archivo en el cual se almacenarán los datos como para el archivo donde se encuentra el background.

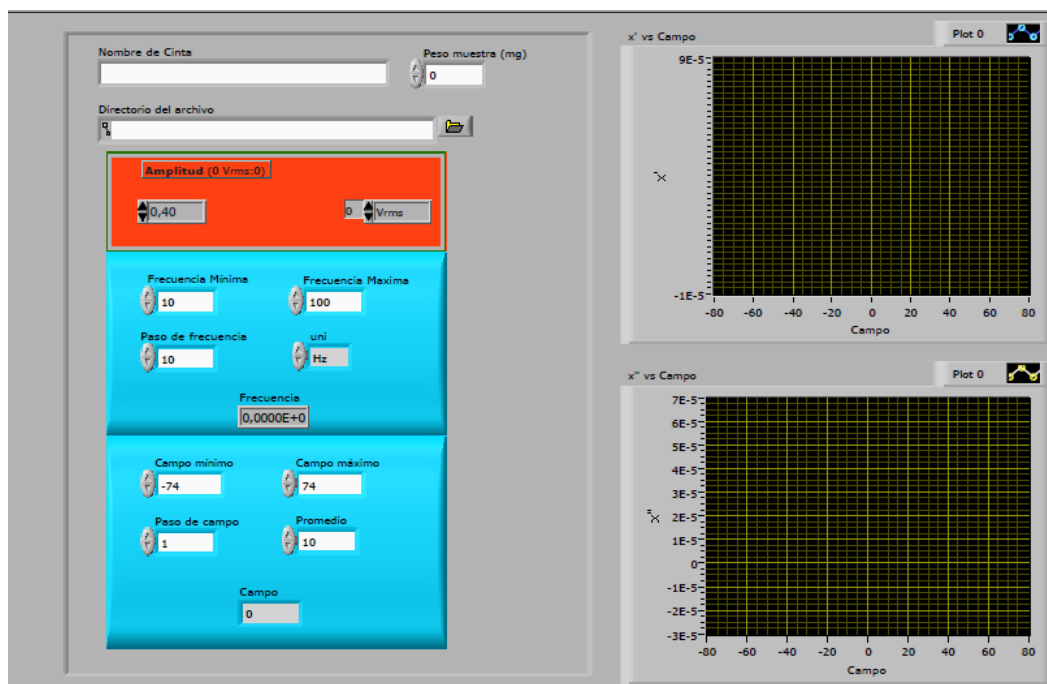


Ilustración 9: Programa control del susceptómetro

La labor de este VI es calcular la susceptibilidad real e imaginaria de la muestra, para esto se realiza una medida convencional como muestra la Ilustración 7 pero resta a los resultados la respuesta del equipo sin muestra, es decir el background, la cual sabemos que no es debida al comportamiento de la muestra. En adición a esto también se deben tratar los datos medidos dividiéndoles la frecuencia, el peso de la muestra y la amplitud del campo variable aplicado.

En el diagrama de flujo no se puede apreciar que para poder escribir y leer en y desde los equipos se necesitaron subVIs o subrutinas programadas en labview que son comúnmente llamadas controladores. Los controladores de los equipos fueron programados también en labview y no son más que métodos de escritura y lectura mediante GPIB en estos equipos ya que cada uno de ellos tiene palabras para su programación interna. Existe entonces un controlador por cada equipo y cada uno de estos controladores tiene a su vez un panel frontal, el perteneciente al generador de señales se muestra en la Ilustración 10 donde solo se solicitan las condiciones relevantes para esta técnica y no todas las posibilidades de control que se tienen con el equipo físico. En la Ilustración 11 se muestra el panel frontal del lock-in donde como se dijo solo se usan los controles necesarios para esta ocasión, puesto que hay muchas posibilidades desde el panel frontal real del equipo

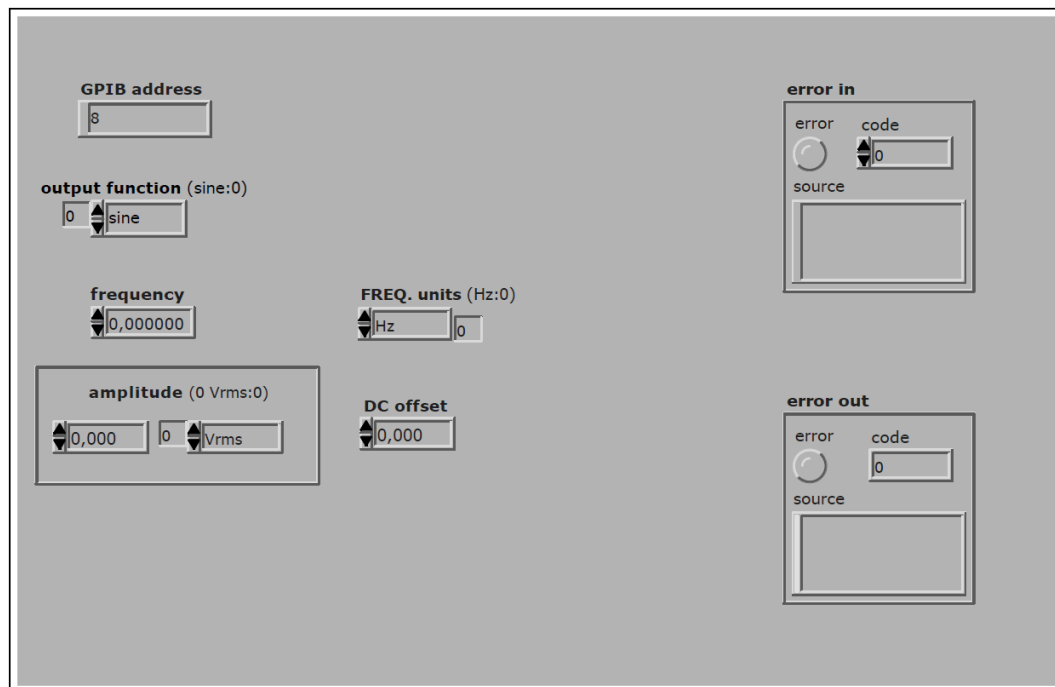


Ilustración 10: Controlador generador de señales

Los paneles frontales de estas subrutinas sirven para operar los equipos independientemente por si no se desea usar el programa principal. Como se

puede observar en las ilustraciones el manejo es consecuente con los paneles frontales de los propios equipos.

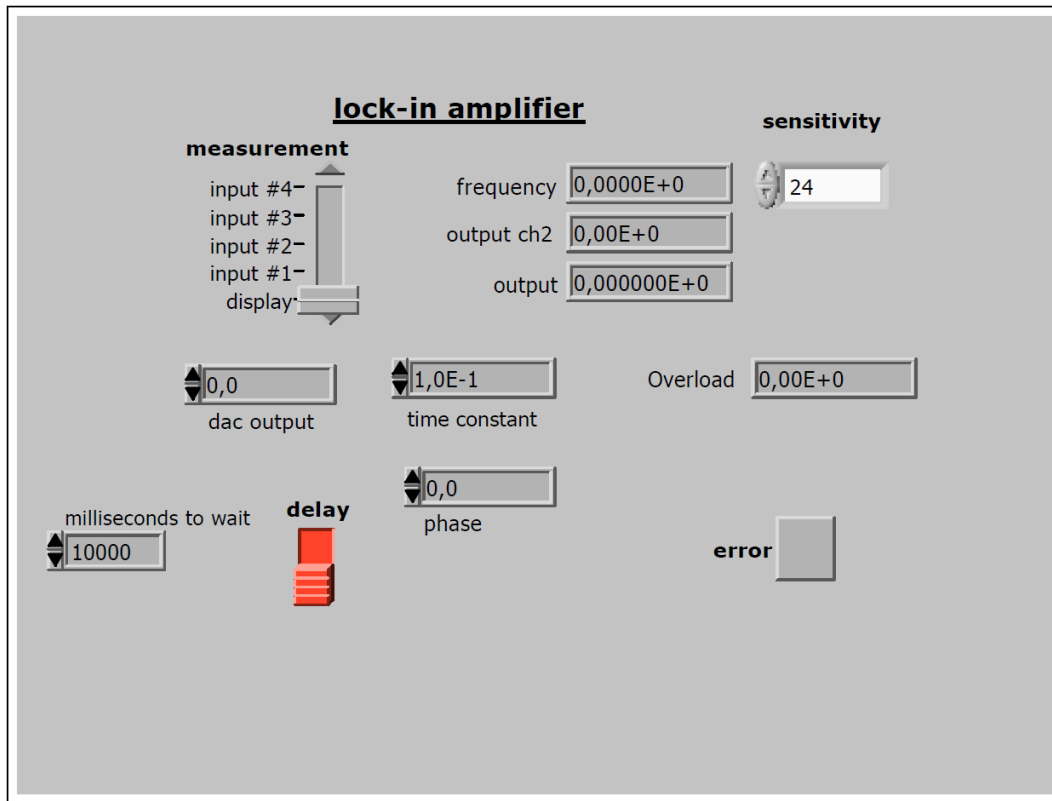


Ilustración 11: Controlador Lock-In

3.3 Descripción detallada del software

El software de implementación usado en este trabajo no contiene código secuencial, sino que la programación se realiza por medio de diagramación, por tal motivo se explican los procedimientos utilizados mediante la división por módulos.

3.3.1 Diagrama principal

La sección principal del programa se encarga de la recolección de los valores ingresados por el usuario mediante el panel frontal. Dichas variables son:

- Nombre de la cinta
- Peso de la muestra en miligramos (mg)
- Directorio donde se va a guardar el archivo de datos

- Amplitud de la señal del generador de señales en voltios rms (V_{rms})
- Frecuencia máxima de la señal en hertz (Hz) del experimento
- Frecuencia mínima
- Paso de frecuencia
- Campo máximo DC en Oestersds (O_e)
- Campo mínimo
- Paso de campo
- Promedio de medida

3.3.2 Ciclo de frecuencia

El primer paso para este diagrama es calcular el número de ciclos a realizar para la variación de la frecuencia, es decir, ajusta las condiciones para un ciclo repetitivo que realiza un barrido de frecuencia. En cada paso de este ciclo se le envían la amplitud y frecuencia de la señal al generador de señales para que ajuste el campo magnético AC que atravesará la muestra.

3.3.3 Ajuste de sensibilidad

En cada uno de los ciclos de frecuencia se llama un subVI llamado ajuste de sensibilidad, este segmento de programación no necesita parámetros iniciales. El ajuste de sensibilidad se realiza llevando el lock-in a la escala máxima de medida mientras se pone en cero la salida que controla la fuente DC y tomando la amplitud de la señal medida y promediando, luego de esto se configura el lock-in a la escala inmediatamente superior a este promedio luego de este paso se comprueba si el dispositivo está en sobrecarga, si lo está se aumenta la sensibilidad al nivel superior siguiente, sino concluye el subVI. El ajuste de sensibilidad devuelve el valor de sensibilidad óptimo para la medida, tomando en cuenta que la fuente DC está en cero y por tanto el campo magnético externo a la muestra es nulo.

3.3.4 Ciclo de campo

En cada paso del ciclo anterior se crea un archivo con el nombre de la muestra, el peso, la frecuencia, el voltaje del generador, la constante de tiempo del lock-in y la fecha como parte del nombre y la ubicación del mismo. Inmerso en el ciclo de frecuencia se encuentra, también, el ciclo de campo que garantiza la medida de un lazo completo de histéresis por cada frecuencia. Se toman los valores de máximo, mínimo y paso de campo magnético para configurar tres ciclos internos, el primero realiza medidas desde campo cero hasta campo máximo, el segundo desde campo máximo a mínimo y el tercero desde campo mínimo a máximo. También se busca sistemáticamente el archivo de background que contiene la

información de la respuesta del equipo cuando no hay muestra en él. Se lee del lock-in la amplitud y fase de la señal medida tantas veces como el promedio lo diga y se realiza un promedio de estos datos. A este promedio se le restan los valores obtenidos sin muestra y se registra en el archivo abierto anteriormente.

3.3.5 Registro de datos

En cada momento en que se toma una medida y ésta es promediada, se guarda en un archivo de texto plano: el campo magnético, la susceptibilidad real, la susceptibilidad imaginaria y la frecuencia del campo magnético AC que atraviesa la muestra. El conjunto de medidas perteneciente a una frecuencia determinada, será guardado en un archivo independiente, este archivo puede ser importado por cualquier programa graficador o cualquier paquete estadístico. El nombre de cada archivo contiene el nombre del material medido, la frecuencia, las constantes de tiempo del lock-in, el rango de campo magnético DC aplicado, la amplitud del campo magnético AC de excitación y la fecha de toma de la medida.

4. APLICACIÓN DE LA TECNICA DE SUSCEPTIBILIDAD AC EN CINTAS MAGNETICAS.

El presente capítulo cuenta con los elementos necesarios para reproducir la medida de susceptibilidad AC, ya que contiene el procedimiento llevado a cabo, que relata la forma como se trataron los datos obtenidos del amplificador lock-in para extraer la parte real e imaginaria de la susceptibilidad de acuerdo a los voltajes medidos por el mismo. Aunque el objetivo de este trabajo no es el estudio físico detallado de materiales magnéticos, en este capítulo también se realiza el estudio de las medidas de susceptibilidad para algunos materiales blandos y se hace una comparación de los resultados obtenidos en un equipo comercial estándar con los equivalentes en el sistema construido con el fin de tener un elemento que lo valide para futuras mediciones. Por último se muestran los resultados obtenidos en un experimento en el cual se vario la longitud del material, como un estudio final de estos materiales magnéticos blandos.

4.1 Procedimiento

Para la extracción de la parte real e imaginaria de la susceptibilidad se tomaron datos del equipo sin muestra y se restaron convenientemente de los datos del equipo con muestra para extraer la parte real e imaginaria de la muestra de la siguiente forma

$$R_T = (R_m - R_b) \quad 23$$

$$\theta_T = (\theta_m - \theta_b) \quad 24$$

donde R_T y θ_T son la amplitud total en voltios (Vrms) y el ángulo de fase en grados hexadecimales ($^\circ$), respectivamente, de la señal producida por la muestra; R_m y θ_m son la amplitud y ángulo de fase de la señal medida por el lock-in cuando hay una muestra en el sistema, R_b y θ_b son la amplitud y ángulo de fase captada por el lock-in cuando no hay muestra en el sistema (Salim, 2000).

Estos valores, R y θ , debidamente restados se usaron para extraer la susceptibilidad real χ' e imaginaria χ'' en unidades arbitrarias

$$\chi' = \frac{R_T}{H_{ac} m \omega} \cos \theta_T \quad 25$$

$$\chi' = \frac{R_T}{H_{ac} m \omega} \sin \theta_T$$

Se tomaron cintas de estequiometría $\text{Co}_{80-x}\text{Fe}_x\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con $x=0, 6, 8$, y 10 . Se les hizo medidas de susceptibilidad AC longitudinal a distintas frecuencias y variando el campo magnético DC externo. El campo magnético DC externo se aplicó de forma transversal a la cinta. Este conjunto de cintas fueron crecidas por la técnica de melt spinning (MOSCOSO, 2009).

A continuación se presenta el conjunto de medidas más relevantes obtenidas mediante la técnica desarrollada y se les realiza un breve análisis. El conjunto permite realizar una validación de la técnica y estudiar el comportamiento magnético de un conjunto de materiales de interés tecnológico.

4.2 Análisis de resultados en cintas magnéticas

4.2.1 Cintas magnéticas basadas en cobalto, hierro, boro y silicio.

Como se puede observar en Ilustración 12, Ilustración 13 y Ilustración 14 se representa el comportamiento de las cintas $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$, donde se puede observar el endurecimiento magnético del material en comparación con las demás cintas con más contenido de cobalto y menos de hierro. El endurecimiento se ve en la presencia de una pequeña meseta alrededor del cero y la aproximación lenta a la saturación.

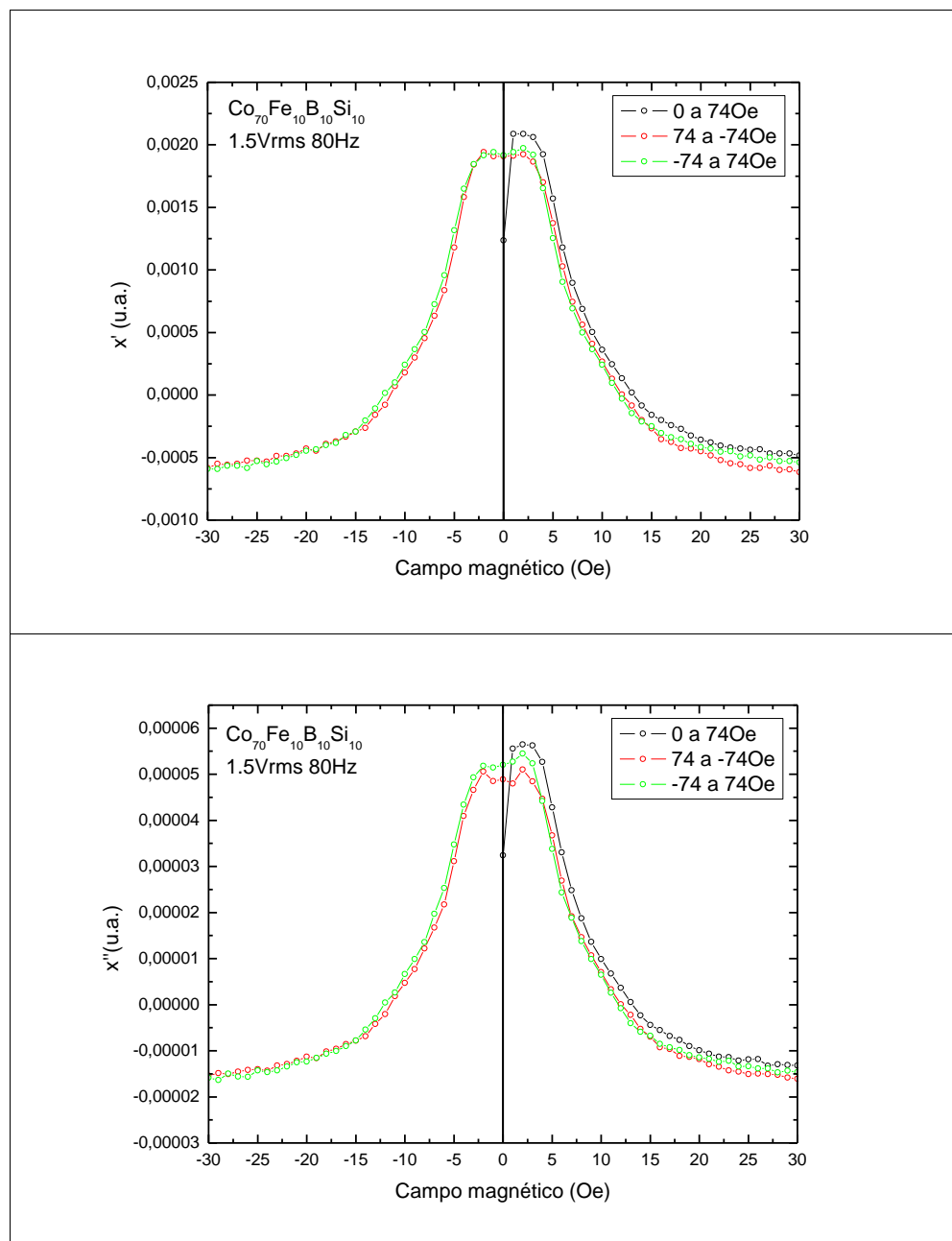


Ilustración 12: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5V_{rms} y una frecuencia de 80Hz .

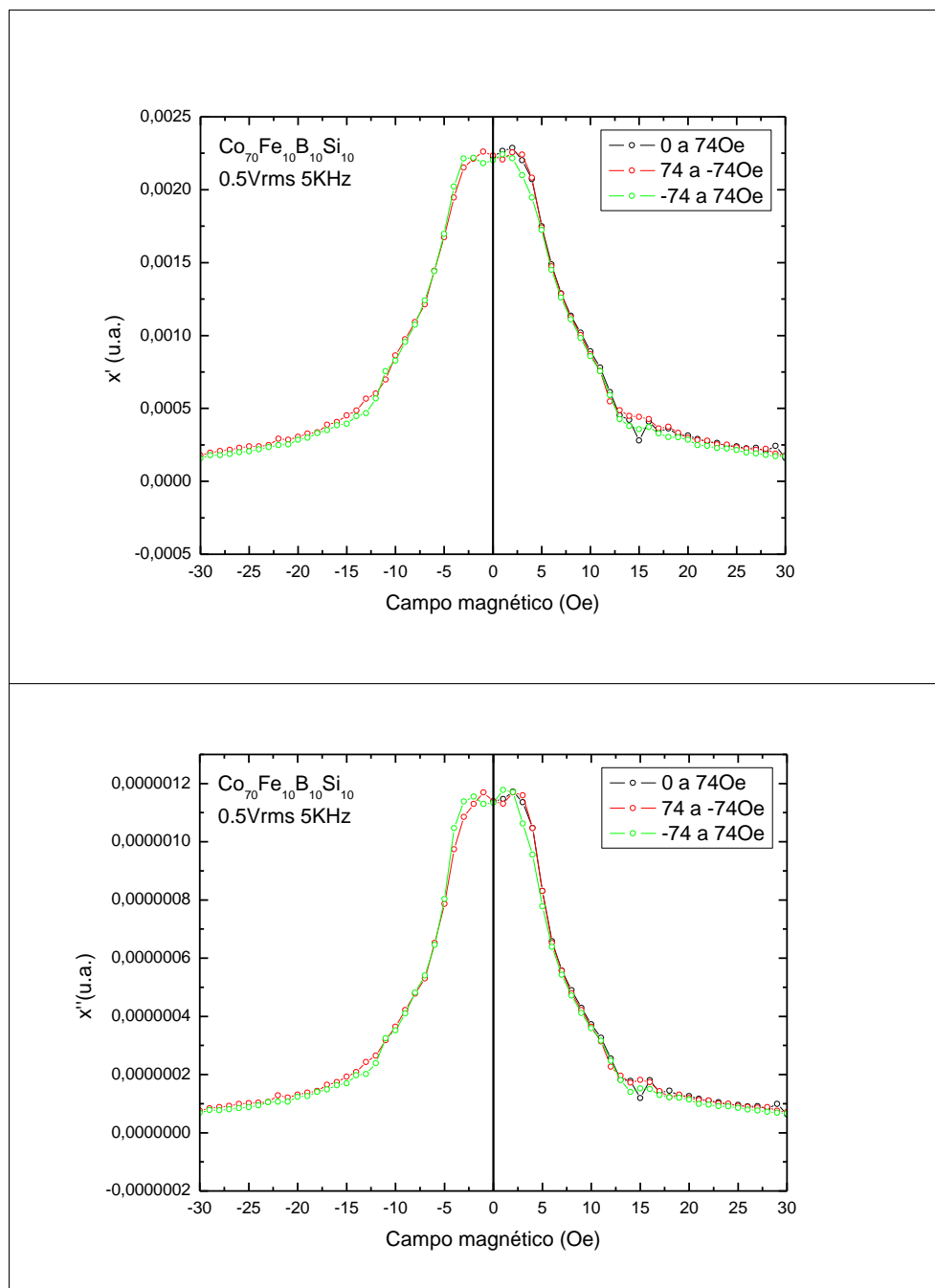


Ilustración 13: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 0.5Vrms y una frecuencia de 5 KHz.

Las medidas fueron realizadas para distintas frecuencias, pero como se puede observar en Ilustración 14, no existe dependencia clara de la frecuencia. Y según los resultados en nuestra técnica, se concluye que no hay una variación apreciable en la forma de las curvas de susceptibilidad AC vs campo aplicado cuando se

trabaja con 0.5 Vrms y 1.5 Vrms. La necesidad de trabajar con estas amplitudes se debe a que a bajas frecuencias se necesita un voltaje más alto para minimizar ruido y a altas frecuencias es necesario bajar el voltaje para no sobrepasar la sensibilidad del lock-in y sobrecargarlo.

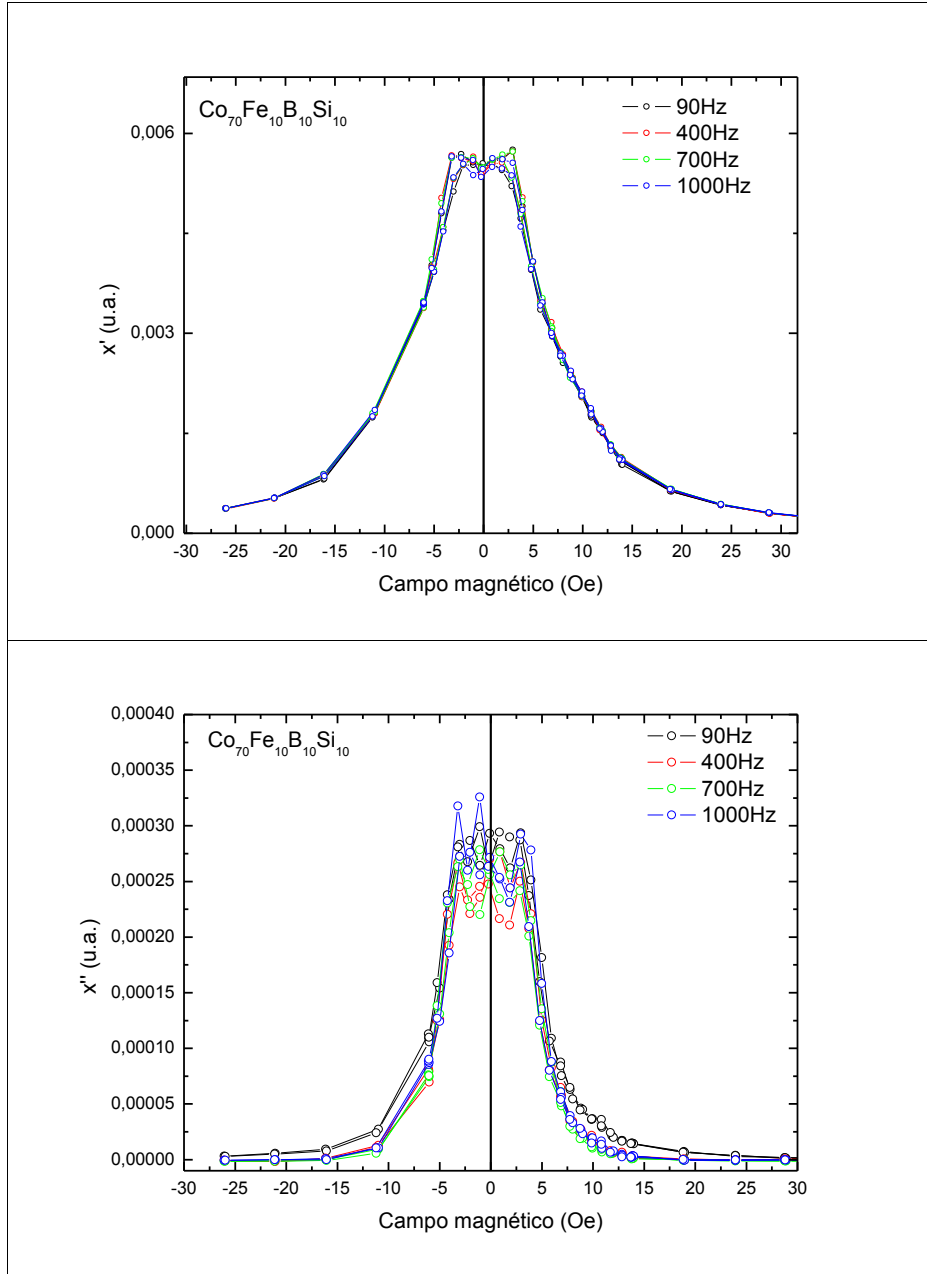


Ilustración 14: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con un sistema comercial para medir propiedades físicas llamado PPMS a diferentes frecuencias

En el desarrollo de un equipo de medida de propiedades físicas se ve necesaria la comparación de los resultados con equipos profesionales ya avalados para tal procedimiento, por tal motivo se buscó un sistema comercial PPMS (Physical Properties Measurement System por sus siglas en ingles) y se realizaron medidas de susceptibilidad AC a las mismas composiciones estudiadas y con características similares. El sistema utilizado pertenece al Laboratorio de Sólidos Amorfos de la Universidad de Buenos Aires.

Los diagramas obtenidos con ambas técnicas tienen leves diferencias en la intensidad, pero se debe entender que estas diferencias de intensidades entre las medidas hechas por el PPMS, Ilustración 14, y nuestro equipo se deben a cuestiones de calibración y factor de llenado.

Las demás configuraciones de las cintas $\text{Co}_{80-x}\text{Fe}_x\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con menos cantidad de hierro, mostraron ser más blandas magnéticamente, esto se ve por la forma de pico agudo y el estrechamiento de la base del mismo.

A medida que se va retirando el hierro de la aleación, los resultados fueron formando picos más agudos y con bases más estrechas empezando a ser más evidente la remanencia. El lazo de histéresis mostro los diferentes caminos conforme se aumenta o disminuye campo magnético (Ilustración 17, Ilustración 18, Ilustración 19 y Ilustración 20).

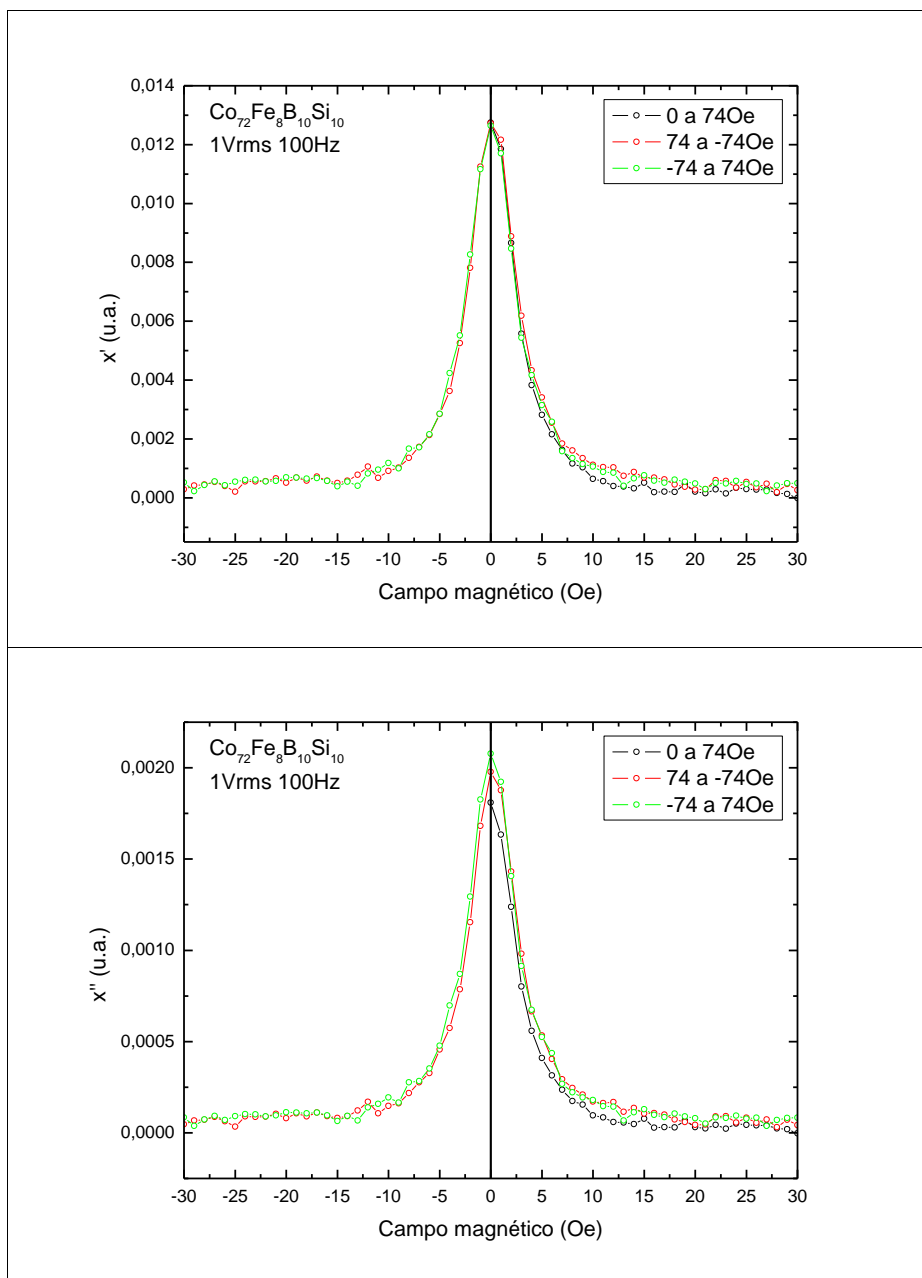


Ilustración 15: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{72}\text{Fe}_8\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1Vrms y una frecuencia de 100Hz.

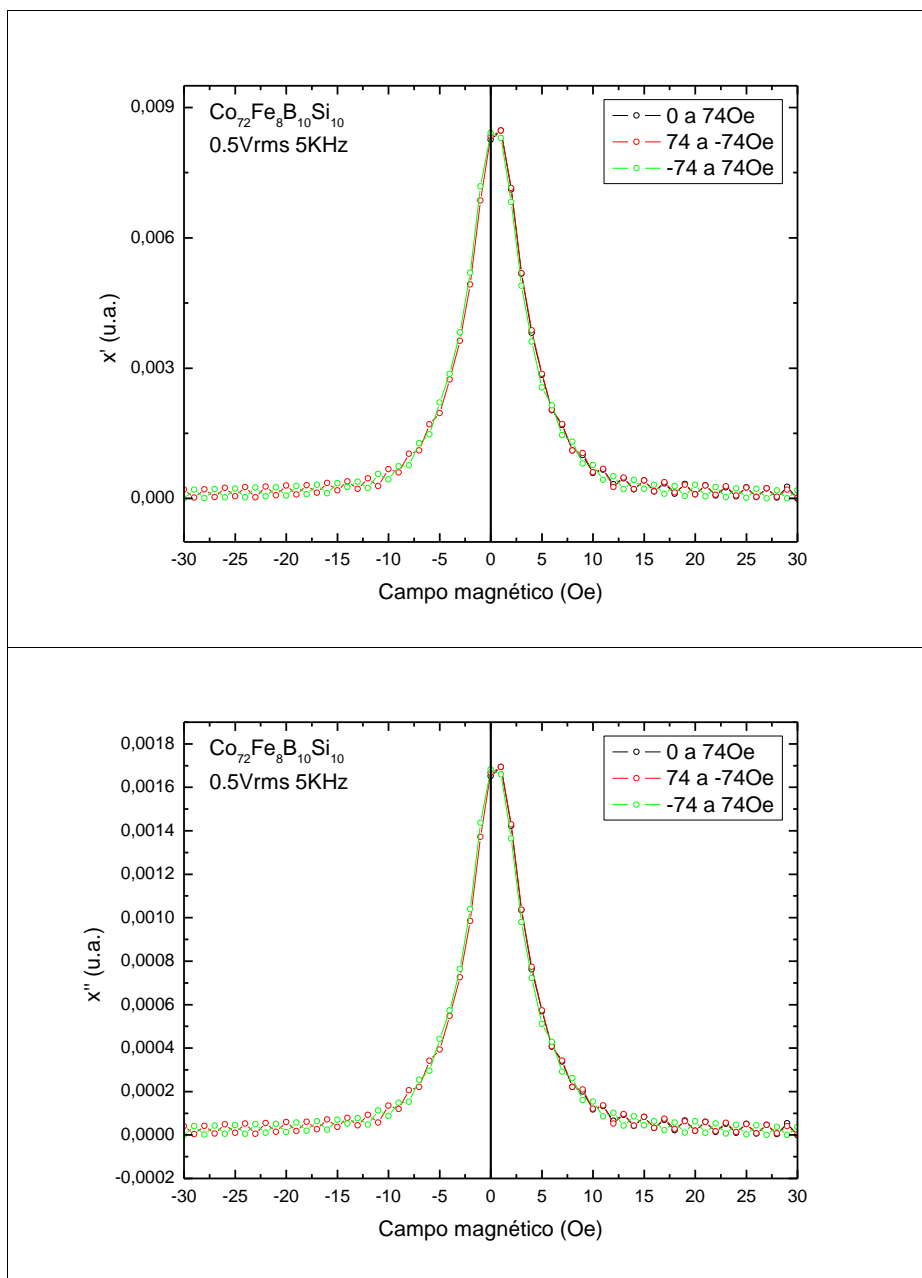


Ilustración 16: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{72}\text{Fe}_8\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 0.5Vrms y una frecuencia de 5 KHz.

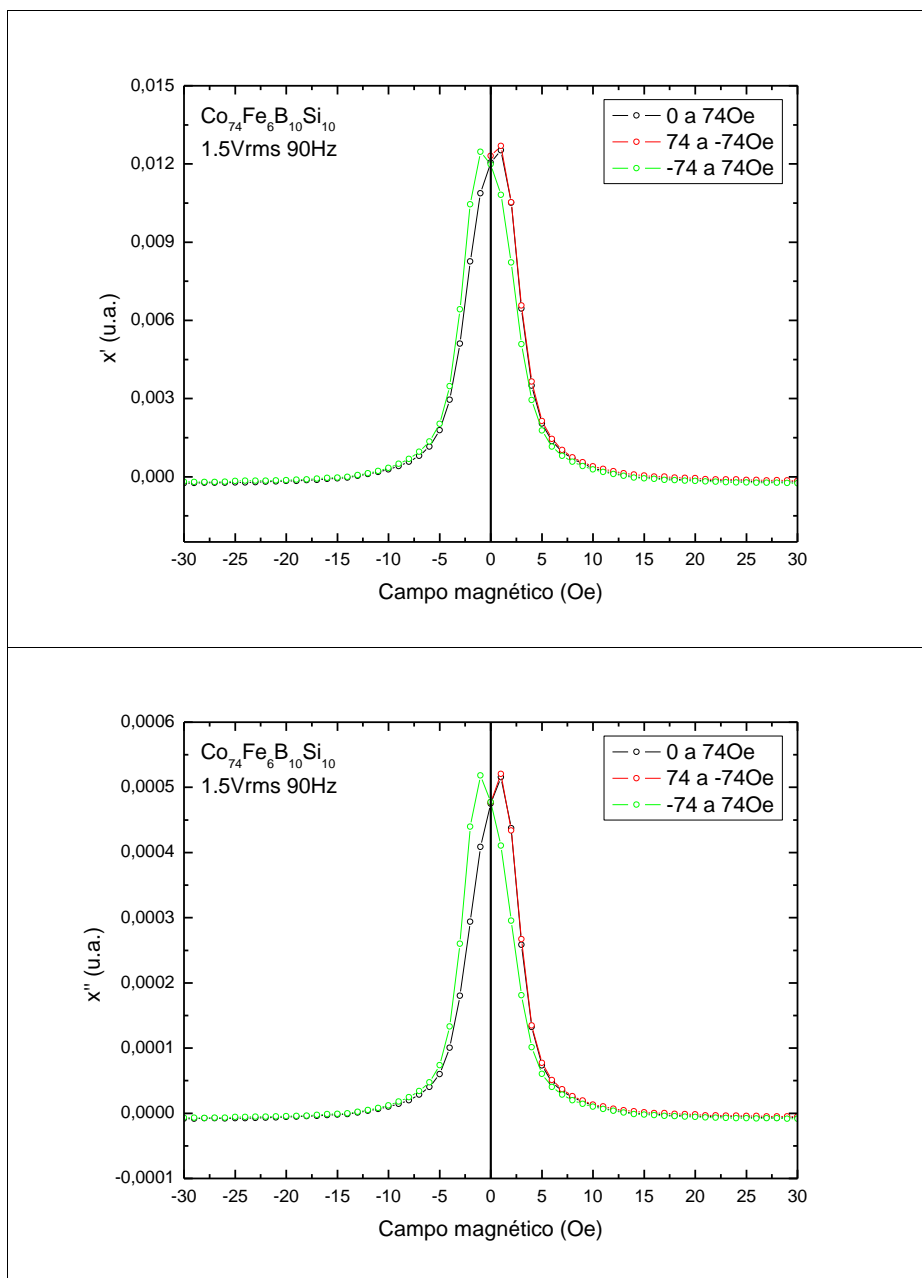


Ilustración 17: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{74}\text{Fe}_6\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5Vrms y una frecuencia de 90Hz.

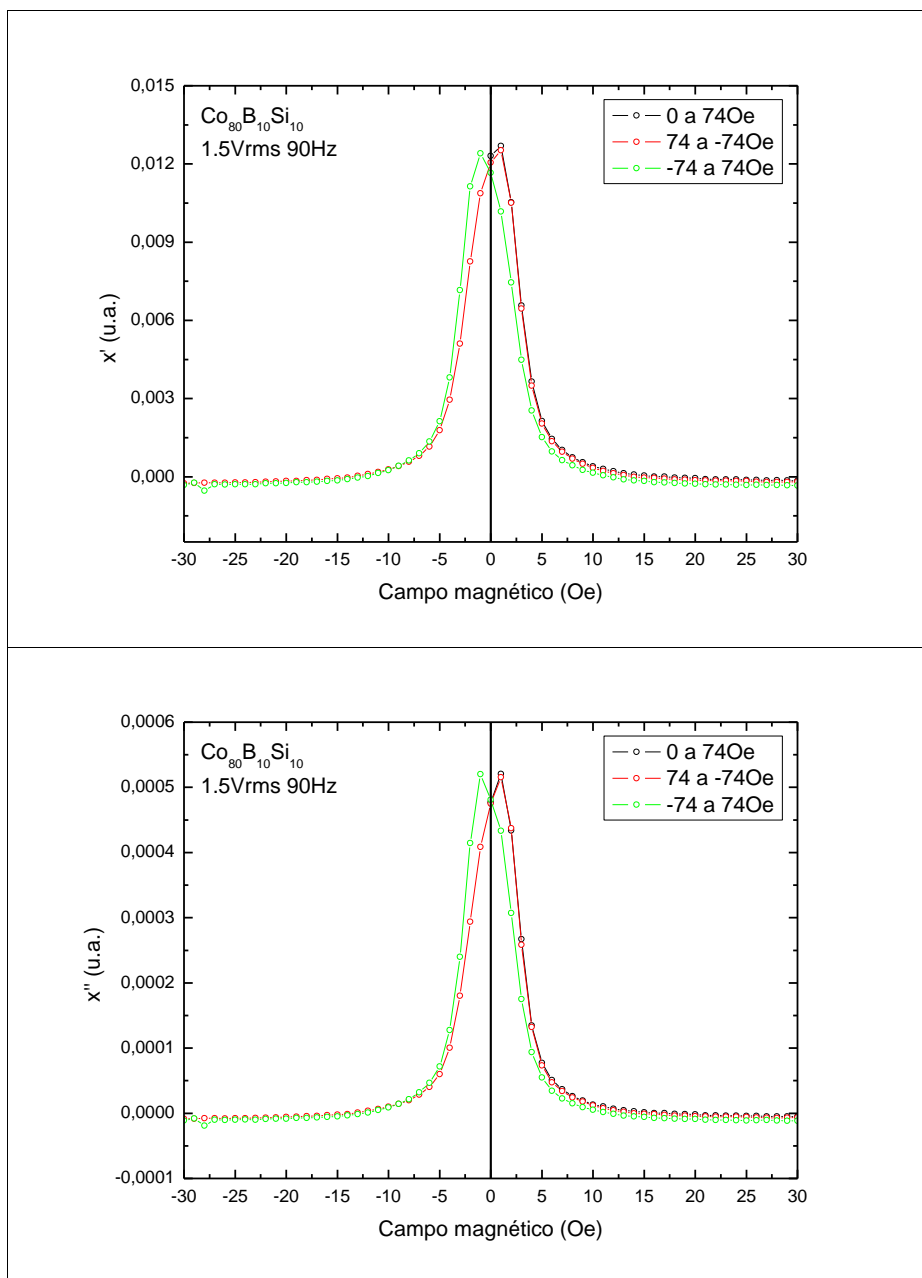


Ilustración 18: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1.5Vrms y una frecuencia de 90Hz.

De nuevo al comparar los resultados obtenidos mediante el equipo comercial y los nuestros vemos que hay entera concordancia. Podemos concluir entonces la validez de la técnica desarrollada no solo en la parte real sino también en la imaginaria.

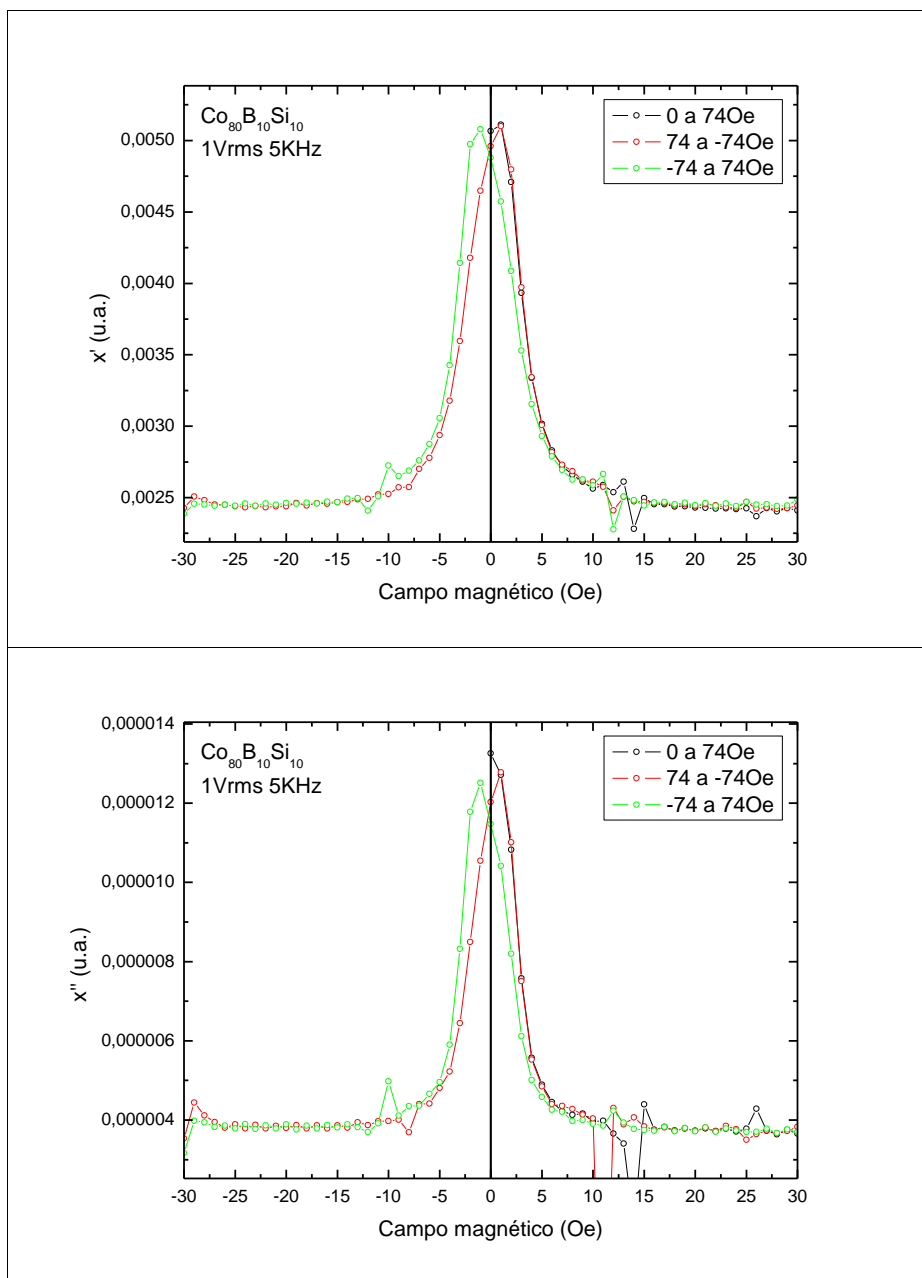


Ilustración 19: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con una señal de 1Vrms y una frecuencia de 5 KHz.

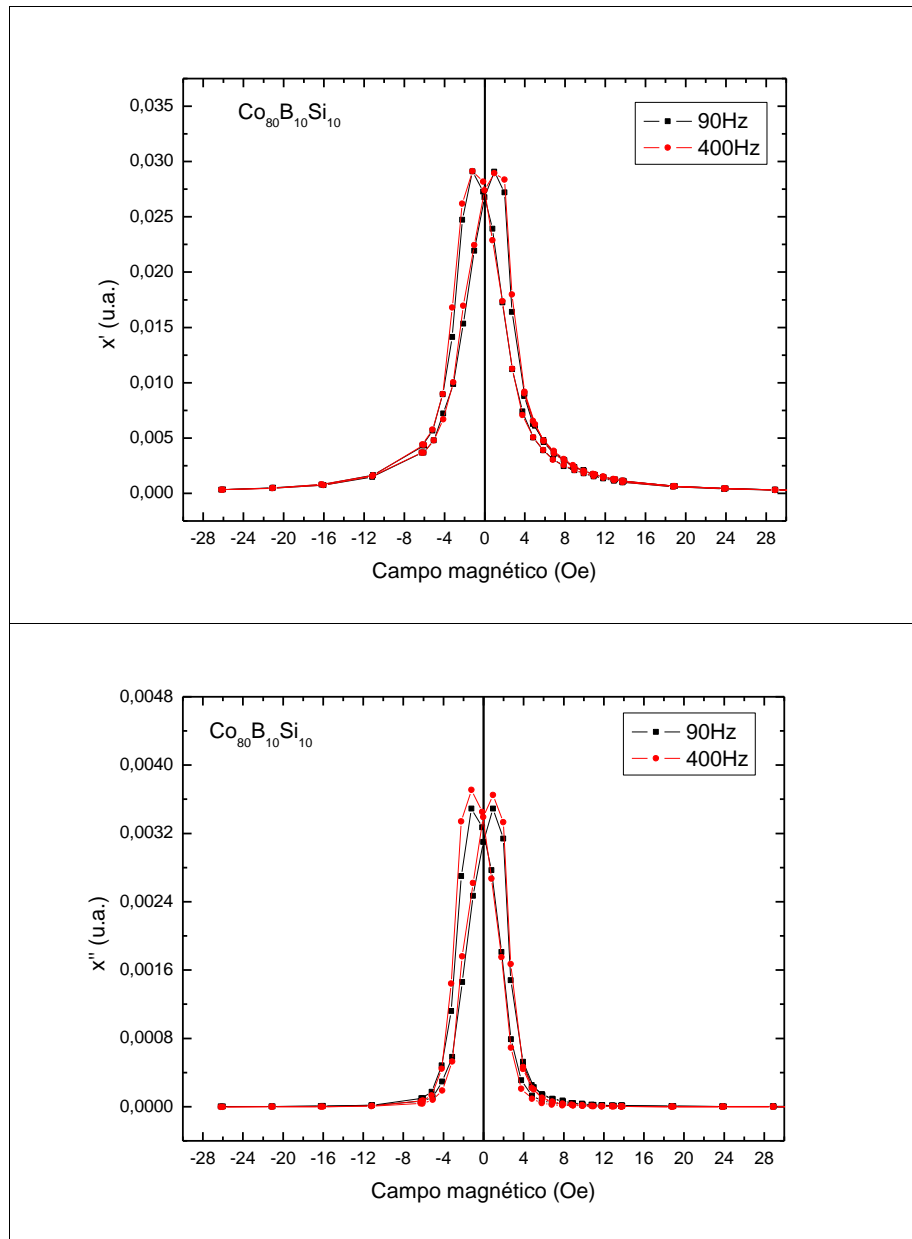


Ilustración 20: Parte real e imaginaria de la susceptibilidad AC en cintas de $\text{Co}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ con un sistema comercial para medir propiedades físicas llamado PPMS a diferentes frecuencias.

5.2.2 Cintas magnéticas basadas en hierro, boro y silicio

Después de comprobar los resultados obtenidos mediante el sistema local con los del equipo comercial y haber realizado las medidas pertinentes a este trabajo, se realizaron una serie de estudios a diferentes materiales. A continuación

presentamos un conjunto de resultados interesantes para una aleación estudiada en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados, que forma parte de una tesis de maestría en física de la universidad Nacional de Colombia sede Manizales.

Se realizaron pruebas de susceptibilidad AC a cintas de $\text{Fe}_{67.5}\text{B}_{22.5}\text{Si}_{10}$ Ilustración 21 y $\text{Fe}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ Ilustración 22, estas cintas también fueron construidas mediante la técnica de melt-spinning. Las medidas se hicieron a una frecuencia de 700 Hz y variando la longitud de dichas cintas.

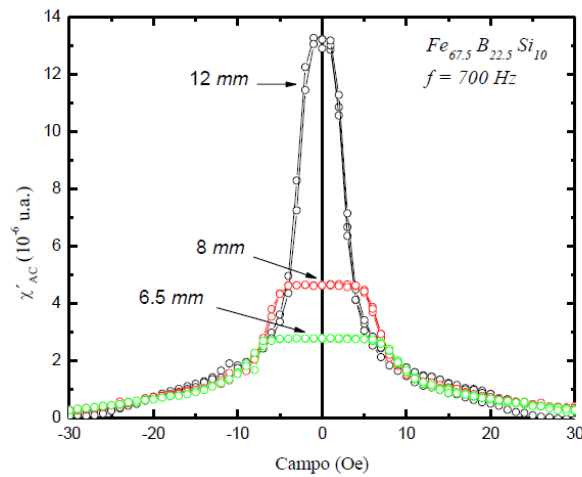


Ilustración 21: Susceptibilidad AC para la aleación $\text{Fe}_{67.5}\text{B}_{22.5}\text{Si}_{10}$ medida a longitudes de $l = 12, 8$ y 6.5 mm

La Ilustración 21 y la Ilustración 22 muestran un endurecimiento magnético a medida que se disminuye su longitud, ya que la configuración de los dominios magnéticos está fuertemente influenciada por el campo desmagnetizante, puesto que, hay un aumento en el factor desmagnetizante a lo largo de la dirección de la muestra cuando la longitud de esta es reducida (L. Goncalves, 2006). Además, de lo anterior, la composición $\text{Fe}_{67.5}\text{B}_{22.5}\text{Si}_{10}$ según las graficas, muestra ser magnéticamente más blanda que la composición $\text{Fe}_{80}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ puesto que presenta picos más estrechos y agudos en las graficas de susceptibilidad real.

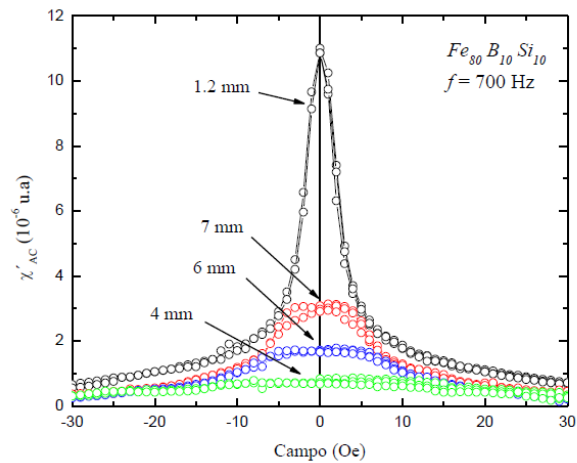


Ilustración 22: Susceptibilidad AC para la aleación $Fe_{80}B_{10}Si_{10}$ medida a longitudes de $l = 12, 7, 6$ y 4 mm

4.2.2 Otras Cintas magnéticas basadas en cobalto, hierro, boro y silicio

Como complemento a las anteriores medidas, se realizaron medidas de magnetización DC en un equipo comercial de marca VERSALAB con el cual se cuenta en la universidad Nacional de Colombia sede Manizales.

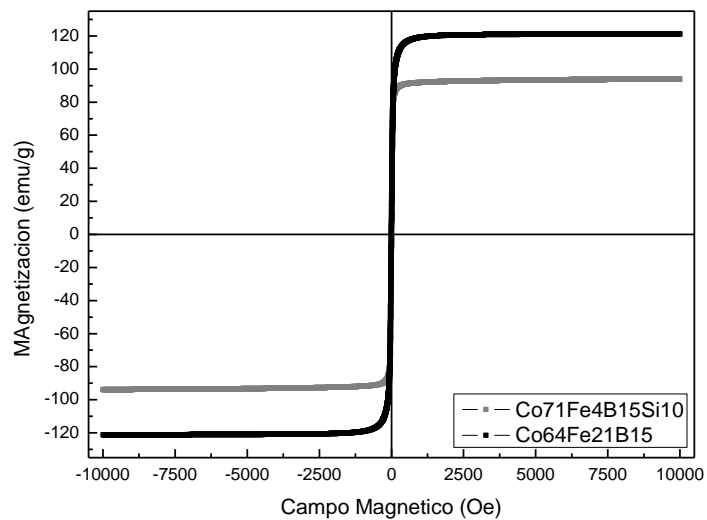


Ilustración 23: Grafica de Magnetización vs Campo para las cintas $Co_{71}Fe_4B_{15}Si_{10}$ y $Co_{64}Fe_{21}B_{15}$.

Para efectos de comparación se realizaron curvas de histéresis en cintas de $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ como se muestra en la Ilustración 23 donde se puede observar la diferencia en dureza magnética entre estas aleaciones. Se puede observar como $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ es más blanda que $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$,

Los resultados observados en la curva de magnetización para cada elemento pueden ser correlacionados con los datos obtenidos mediante el sistema de susceptibilidad AC Ilustración 24, donde se puede observar el achatamiento en la cima del pico de susceptibilidad real para la aleación $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ en contraposición al pico agudo presentado por la aleación $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$.

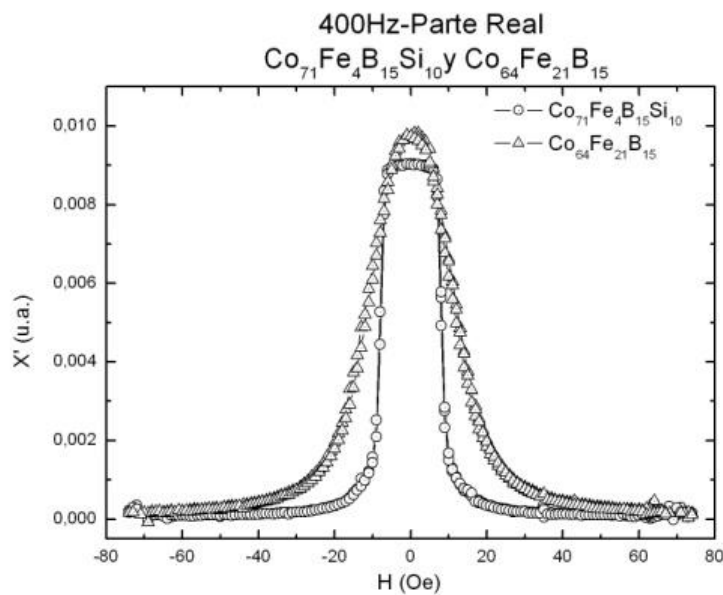


Ilustración 24: Gráfica de Susceptibilidad real vs campo para las cintas de $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ y $\text{Co}_{71}\text{Fe}_4\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ para una frecuencia de 400 Hz.

El presente trabajo sirve como punto de apoyo para la construcción de un susceptómetro mas no como documento científico completo en el estudio de cintas magnéticamente blandas. Los resultados aquí presentados sirven como muestra de la validez de la técnica de susceptibilidad AC desarrollada. Sin embargo cabe recordar que las aleaciones estudiadas fueron construidas por la universidad y son materiales de interés tecnológico que están siendo estudiados y con esta técnica podemos vislumbrar acertadamente las características magnéticas de estos.

5. CONCLUSIONES, OBSERVACIONES Y TRABAJO FUTURO

El presente capítulo está construido para realizar las conclusiones observadas al llevar a cabo este trabajo, además se sugieren algunas perspectivas que mejoran la técnica de susceptibilidad AC partiendo de los elementos desarrollados. También se proponen nuevas aplicaciones y mejoras para darle mayor complejidad a la medida de tal forma que se pueda realizar un estudio magnético completo de materiales blandos.

5.1 Conclusiones

Se debe tener en cuenta que el propósito del presente trabajo fue el diseño y desarrollo de la técnica de susceptibilidad AC y por tal motivo quedan abiertas todas las propuestas para realizar estudios de susceptibilidad de diferentes materiales. Como principal conclusión de este trabajo se tiene que el laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados cuenta con la técnica de Susceptibilidad AC la cual enriquecerá este laboratorio en la caracterización de materiales magnéticos.

- Se diseñó y desarrolló la técnica de susceptibilidad AC, para esto se adaptaron convenientemente un amplificador sensible a fase, un generador de señales y una fuente de corriente DC a un computador personal mediante comunicación GPIB para realizar la medida de susceptibilidad AC mediante un sistema de bobinas que trabajan por el principio de inductancia mutua mientras esta se encuentra en presencia de un campo magnético DC que se genera a través de una bobina de Helmholtz.
- Se diseñó e implementó un programa informático encargado del control de los dispositivos incluidos, además, se diseñó una secuencia de programación en el software de instrumentación LabView que permite realizar, de una forma sistemática una serie de medidas pertinentes al interés de diferentes materiales magnéticos.
- Se realizó una comparación de los resultados obtenidos mediante la técnica construida con los obtenidos mediante un equipo comercial para la medida de propiedades físicas PPMS que se encuentra en el Laboratorio de Sólidos Amorfo de la universidad de Buenos Aires para la comprobación de la validez de la técnica. Además se realizó una serie de medidas en cintas magnéticamente blandas en particular las cintas basadas en

CoFeBSi con variación de la concentración de Fe a expensas del Co y así evidenciar su comportamiento magnético visto desde la susceptibilidad AC.

5.2 Perspectivas

- La capacidad de la técnica permitirá bajar en un rango de temperatura desde 77°K a 300°K y así se podrán realizar estudios de transiciones de fase magnética y superconductividad entre otras.
- Realizar la calibración propia del equipo que nos permita entregar los resultados en unidades emu/gr.
- Realizar medidas de susceptibilidad AC variando la frecuencia para identificar los mecanismos de magnetización.
- Estudiar los armónicos de orden superior con el fin de encontrar tiempos y mecanismos de relajación.
- El sistema se puede adaptar para el estudio de otros materiales, como superconductores y vidrios de espín.

BIBLIOGRAFÍA

- A. Rosales-Rivera, V. H.-G. (2006). Thermal, magnetic, and structural properties of soft magnetic FeCrNbCuSiB alloy ribbons. *Physica B - Condensed Matter* , v.384 , p.169 - 171.
- E. Jartych, K. P. (2002). *Journal of Alloys and Compounds* 343 , 211 - 216.
- L. Goncalves, J. S. (2006). *Physica B* 384 , 152-154.
- M. Pekala, M. J. (2001). *Journal of Non-Crystalline Solids* 287 , 380.
- Mahdia A.E, P. L. (2003). Some new horizons in magnetic sensing: high-Tc SQUIDs, GMR and GMI materials. *Sensors and actuators. A, Physical* , 271-285.
- MOSCOSO, O. (2009). *INFLUENCIA DEL CONTENIDO DE BORO EN LAS PROPIEDADES MAGNETICAS, TÉRMICAS Y ESTRUCTURALES DE ALEACIONES AMORFAS BASADAS EN HIERRO*. Manizales.
- Moscoso-Londoño, O., Rosales-Rivera, A., & Pineda-Gómez., P. (2007). Influencia del Contenido de Boro en la Estabilidad Térmica y Magnética de Aleaciones FeBSi. *Revista Mexicana de Física* .
- Nikolo, M. (1994). Superconductivity: A guide to alternating current susceptibility measurements and alternating current susceptometer design.
- O. Moscoso. L, P. P.-R. (2007). Propiedades Térmicas y Magnéticas de Cintas Magnéticamente Blandas Fe₈₀B₁₀Si₁₀ Y Fe₇₈B₁₃Si₉.
- Quintero-Castro D. L, R.-R. A.-G. (2006). Propiedades estructurales, magnéticas, térmicas, y estructura de dominios en cintas magnéticas ultrablandas de FeCrNbCuSiB.
- Reina, J. (2004). Estudio experimental de (La_{1-x}Pr_x)_{0.5}Ca_{0.5}MnO₃ y simulación numérica de sistemas magnéticos tipo Ising.
- Reina, J. (2004). Simulación numérica de fenómenos magnéticos y eléctricos en manganitas compuestas por tierras raras.
- Salim, M. S. (2000). Design aspects of a differential magnetic susceptometer for high temperature superconductors. *MEASUREMENT SCIENCE AND TECHNOLOGY* .

Sanin, M. A. (2003). Diseño y construcción de un magnetómetro de muestra vibrante.

Trujillo - S F, .. M.–R. (2006). Caracterización Magnética, Térmica y Estructural de Cintas Amorfes Magnéticamente Blandas de $\text{Co}_{80}\text{Au}_{10}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{Si}_9$.

V. Cremaschi, G. S. (2004). *Physica B* 354 , 213 – 216.

Valencia, V. (2004). Estudio del fenómeno de magnetoimpedancia gigante MIG en cintas magnéticamente blandas de aleaciones $\text{Fe}_{73.5-x}\text{Cr}_x\text{Nb}_3\text{Si}_{13.5}\text{B}_9$ con $0 < x < 10$.

Xiangcheng Sun, J. R.–G. (2002). *Current Applied Physics* 2 , 187 – 191.

ANEXOS

1. Poster presentado en XXII Congreso Nacional de Física, Ibagué, Tolima, Universidad del Tolima. Octubre 22 al 26 de 2007

SUSCEPTIBILIDAD MAGNETICA AC EN CINTAS MAGNETICAMENTE BLANDAS AMORFAS



A. Rosales-Rivera, G. I. Leguizamón-Sierra, J. E. Henao-Guzmán, A. A. Velásquez-Salazar
Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales
Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia



RESUMEN

Se desarrollo un sistema para medir susceptibilidad magnética AC en función de la frecuencia, la temperatura y campo magnético DC. El sistema se basa en la técnica de inductancia mutua y consiste de un generador de señales, un amplificador lock-in y una bobina de Helmholtz para la aplicación del campo magnético DC. Las condiciones de trabajo permiten tener variaciones de frecuencia entre 10 Hz y 50 Kz y una amplitud constante de alrededor de 1 Vrms en un rango de temperatura de 77 a 300°K, con un campo magnético entre -60 y 60 Gauss; el software de adquisición, control y procesamiento de datos se desarrollo en el entorno de programación LabView. Este sistema se utilizo en el estudio de la susceptibilidad magnética AC en función de la frecuencia de cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ sinterizadas mediante la técnica de Melt-Spinning.

1. INTRODUCCIÓN

La posibilidad de generar un campo magnético variable en el tiempo (1) y medir la magnetización inducida (3) en un material en presencia de un campo magnético DC, nos lleva a constituir la técnica de Susceptibilidad Magnética AC. Apoyándonos de la sensibilidad de un amplificador Lock-in, podremos estudiar la señal producida por el cambio de magnetización de la muestra cuando esta induce una corriente sobre una bobina de recolección, esta señal se estudiará teniendo en cuenta la frecuencia del campo magnético que varia la dirección de los momentos magnéticos del material a estudiar y el campo magnético DC aplicado. La señal leída tiene dos medidas que representan la respuesta del material, una se encuentra en fase con la señal de excitación y la otra se encuentra en desfase. Estas cantidades representan la parte real e imaginaria de la susceptibilidad de la muestra, la primera refleja la relación entre la magnetización y el campo magnético variable aplicado, y la segunda, los procesos disipativos en la muestra. El estudio además se realizará sobre cintas magnéticamente blandas, las cuales fueron caracterizadas previamente por las demás técnicas del laboratorio[1].

$$B_a = \mu_0 H_0 \cos \omega t \quad (1)$$

$$v(t) = -\mu_0 \pi a^2 N \frac{dM(t)}{dt} \quad (2)$$

$$M = H_0 (\chi' \cos \omega t + \chi'' \sin \omega t) \quad (3)$$

$$v_1(t) = v_0 (\chi'_1 \sin(\omega t) - \chi''_1 \cos(\omega t)) \quad (4)$$

Donde B_a es el campo magnético aplicado por la bobina de excitación, μ_0 es la permeabilidad magnética en el vacío, ω la frecuencia angular de la señal, a el radio de la bobina secundaria, N su número de espiras, M la magnetización, χ la susceptibilidad magnética y v_1 el voltaje medido por el lock-in [2]

2. MONTAJE EXPERIMENTAL

El montaje experimental de la Técnica consta de un criostato basado en nitrógeno líquido que permite temperaturas entre 77K y 300K, un controlador de temperatura, un generador de señales 0.01Hz a 200KHz, un amplificador Lock-in, unas bobinas de Helmholtz que generan un campo máximo de 60 Gauss, una fuente DC y un gaussímetro. Las bobinas de Helmholtz entregan un campo magnético DC, al cual se le sobrepone un campo AC generado por una bobina de excitación y el generador de señales, estas causan un momento magnético variable en la muestra que induce una señal alterna en las bobinas de recolección, la cual es medida a través del Lock-in y este a su vez obtiene la parte real e imaginaria de la susceptibilidad. Los equipos son controlados por un PC el cual realiza el proceso de registro de información, el control ordenado de los equipos y en el cual se analizaran los datos obtenidos[3].

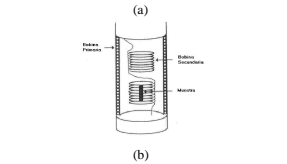
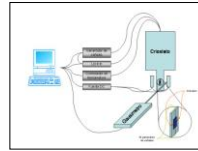


Figura 1. Representación esquemática del montaje (a) y las bobinas de excitación y recolección (b)

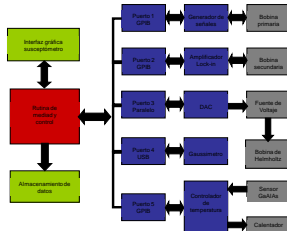


Figura 2. Diagrama de bloques del sistema

3. RESULTADOS Y DISCUSIONES

• En la figura 3 se presentan los voltajes medidos por el lock-in en la bobina secundaria

• Las medidas siempre presentan máximos en regiones diferentes a cero. Es posible verse por el paso de campo que es de alrededor de 0.24 Gauss

• Las graficas no se muestran centradas en cero. La razón puede errores en la medida del campo por problemas de ajustar el gaussímetro en el interior del susceptómetro y por que el barrido se realiza desde 60 Gauss a -60 Gauss

• Hasta el momento al variar la frecuencia solo se presentan cambios en la calidad de la señal.

• Las medidas siempre fueron reproducibles y el Background del equipo no altera la medida de una forma discriminante.

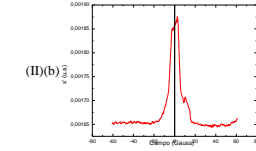
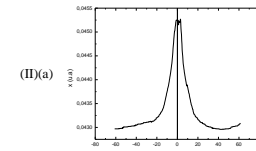
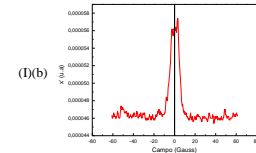
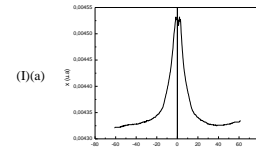


Figura 3. Susceptibilidad magnética en unidades arbitrarias, parte real (a) y compleja (b) para frecuencias de 50 Hz (I) y 500 Hz (II). Todas las medidas a temperatura ambiente.

4. BIBLIOGRAFÍA

- [1] AC Susceptibility Measurements in High-Tc: Superconductors Experiment ACS University of Florida; Department of Physics PHY4803L; Advanced Physics Laboratory
- [2] A. Billodas, C. Helman y A. Tartaglione. Susceptibilidad de un superconductor de alta Tc
- [3] A. L. Ortega, A. V. Jurado. Diseño y construcción de un susceptómetro. Tesis de grado de Ing. Electrónica. Universidad Nacional de Colombia sede Manizales
- [4] O. Moscoso, L. P. Pineda y A. Rosales - Rivera. Propiedades Térmicas y Magnéticas de Cintas Magnéticamente Blandas $\text{Fe}_{70}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ Y $\text{Fe}_{70}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$, 2007.

2. Ponencia oral presentada en XXIII Congreso Nacional de Física, Santa Marta, Magdalena, Universidad del Magdalena. Octubre 5 al 9 de 2009

Comportamiento Magnético y Propiedades de Magneto-transporte de Cintas Magnéticas Blandas Basadas en Cobalto



140 años
CONSTRUYENDO NACIÓN

A. Rosales-Rivera ¹, J. Jaider Melo ¹, A. Velásquez ¹

¹Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados
Facultad de Ciencias Exactas y Naturales
Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia



RESUMEN

los materiales magnéticos en forma de cintas basados en CoFeBSi han atraído considerablemente la atención desde 1980 debido a sus aplicaciones en dispositivos electrónicos. el interés por estos materiales también se ha fortalecido recientemente debido al fenómeno de magnetoimpedancia gigante, MIG, observado en ellos a principios de 1990. este fenómeno consiste en un enorme cambio de la impedancia compleja, Z , de aleaciones ferromagnéticas blandas expuestas a un campo magnético estático, H . diferentes aspectos de este fenómeno han sido estudiados, tales como: (1) dependencia del fenómeno MIG con la frecuencia y con el campo magnético aplicado, y (2) relación entre el fenómeno MIG y el comportamiento de la magnetización de los materiales que lo exhiben. sin embargo, muy poca atención se ha dado a otras propiedades de los materiales que exhiben el fenómeno MIG, tales como, la susceptibilidad ac y el efecto hall. en este trabajo se presentan nuevos resultados de magnetoimpedancia, efecto hall, magnetización dc y susceptibilidad ac, de materiales magnéticos blandos en forma de cintas del tipo CoFeBSi.

1. INTRODUCCIÓN

En este trabajo se presenta un estudio de las propiedades magnéticas y eléctricas de cintas basadas en CoFeBSi mediante las técnicas de magnetoimpedancia, efecto Hall, magnetización dc y de susceptibilidad ac.

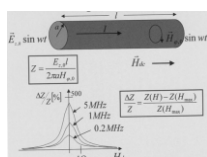


Fig. 1 El efecto MIG [1].

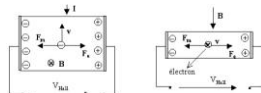


Fig. 2 El efecto Hall [2,3].

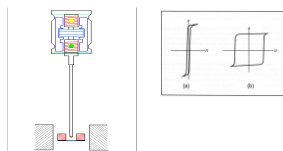


Fig. 3 Magnetización

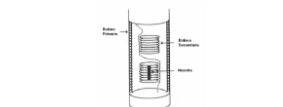


Fig. 4 Susceptibilidad AC [6,7]

2. DETALLES EXPERIMENTALES

2.1. Medidas de Magnetoimpedancia Gigante (MIG).

Se realizaron medidas de magnetoimpedancia en cintas con composición $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$, con dimensiones de 2 mm de ancho y 30 μm de espesor. La respuesta de la magnetoimpedancia fue estudiada para cintas con una longitud de 1.3 cm, para corrientes ac con frecuencias entre 0.5 y 9 MHz y amplitud constante de 1mA (valor rms), en un rango de campo magnético entre -74 y 74 Oe, usando la técnica de cuatro puntas. El campo magnético dc, fue aplicado paralelo a la dirección de la corriente ac a lo largo de la dirección longitudinal de las cintas. Los datos fueron obtenidos para pasos consecutivos de campo de aproximadamente 10e. Todas estas medidas fueron realizadas a temperatura ambiente.

2.2 Medidas de Magnetización DC.

Se realizaron medidas de magnetización en función de campo magnético, para campos entre -10 y 10kOe, a temperatura ambiente para las aleaciones amorfas magnéticamente blandas en forma de cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ con longitudes de 4mm empleando la técnica de Magnetometría de Muestra Vibrante (MMV).

2.3 Medidas de Susceptibilidad AC.

Las medidas de susceptibilidad ac se hicieron sobre cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ a temperatura ambiente. Las medidas se realizaron entre -74 y 74 Oe manteniendo fija la frecuencia, repitiéndose este proceso para diferentes frecuencias, de 10 a 10000 Hz.

2.4 Medidas de Efecto Hall DC.

Las medidas de efecto hall se realizaron sobre cintas magnéticas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}\text{Si}_{10}$ variando la corriente entre -10 y 10 mA, esta, estas medidas se hacen en ausencia de campo magnético. Luego el proceso descrito se repite en presencia de un campo magnético constante, con campos que van desde 20 a 120 mT con incrementos de 20 mT.

3. RESULTADOS

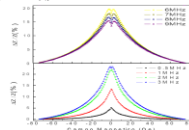


Fig. 5 Medidas de Magnetoimpedancia de la cinta $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$.

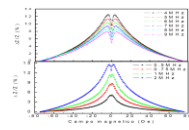


Fig. 6 Medidas de Magnetoimpedancia de la cinta $\text{Co}_{72}\text{Fe}_{18}\text{B}_{12}\text{Si}_{10}$.

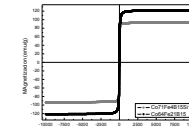


Fig. 7 Gráfica de Magnetización vs Campo para las cintas $\text{Co}_{71}\text{Fe}_{13}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$.

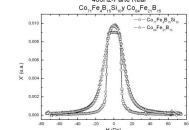


Fig. 8 Gráfica de Susceptibilidad real vs campo para las cintas de $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ y $\text{Co}_{71}\text{Fe}_{13}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}$ para una frecuencia de 400 Hz.

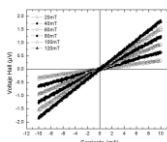


Fig. 9 Gráfica de voltaje hall vs corriente para varios campos constantes de la cinta $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$.

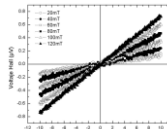


Fig. 10 Gráfica de voltaje hall vs corriente para varios campos constantes de la cinta $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$.

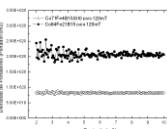


Fig. 11 Gráfica de densidad de portadores vs corriente para un campo constante de 120mT de las cintas $\text{Co}_{71}\text{Fe}_{13}\text{B}_{13}\text{Si}_{10}$ y $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$.

4. CONCLUSIONES

El fenómeno de MIG favorece a las cintas de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$ sobre las cintas de $\text{Co}_{72}\text{Fe}_{18}\text{B}_{12}\text{Si}_{10}$. De las medidas de susceptibilidad y magnetización concluimos que las cintas de $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ son mas blandas magnéticamente que las de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$. El efecto Hall muestra que las cintas $\text{Co}_{64}\text{Fe}_{21}\text{B}_{15}$ tienen mayor densidad de portadores que la cinta de $\text{Co}_{70}\text{Fe}_{10}\text{B}_{10}\text{Si}_{10}$. Según lo anterior vemos que en el Laboratorio de Magnetismo y Materiales Avanzados de la universidad Nacional de Colombia sede Manizales cuenta con las técnicas suficientes para realizar un estudio idóneo de los materiales magnéticamente blandos. Este tipo de estudios permite encontrar las estequiometrias apropiadas para cada tipo de aplicación de estos materiales. Fuera de lo anterior se pueden encontrar concordancias entre propiedades magnéticas y de magneto-transporte de los materiales estudiados.

5. REFERENCIAS

- [1] For recent reviews on the GMI effect, see for instance: M. Vazquez, J. Magn. Mater. 226-230 (2001) 693; M. Knobel and K.R. Pirota, J. Magn. Mater. 242-245 (2002) 33-40; M. Knobel, M. Vazquez and L. Kraus, Handbook of Magnetic Materials, Vol. 15, Ed. K.H.J. Buschow, North-Holland, 2003, p. 497-563.
- [2] N.W.Ashcroft y N.D.Mermin, Solid State Physics, Holt-Saunders Int. Editions, 1981.
- [3] L.A.P. Gonçalves, J.M. Soares, F.L.A. Machado, W.M. de Azevedo, Physica B 384 (2006) 152-154.
- [4] A. Rosales Rivera, J. A. Restrepo, M. A. Sanin, O. E. Patiño. Desarrollo de un magnetómetro de muestra vibrante. Revista Colombiana de Física, Vol. 38 No. 1, 2006.
- [5] A Velásquez, "Diseño y desarrollo de la técnica de susceptibilidad magnética ac: aplicación al estudio de cintas magnéticamente blandas". Tesis de maestría. Manizales, 2009.
- [6] Dinesh Marien. Introduction to AC Susceptibility. Quantum Design.
- [7] AC Susceptibility Measurements in High-Tc Superconductors Experiment ACS University of Florida; Department of Physics PHY4803L; Advanced Physics Laboratory.

3. Se anexa un CD con los programas desarrollados y con el código fuente abierto.